

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

---

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

Doc. 1-1 on ss 7 from WPIL using MAX

©Derwent Information

## Disposal of discharged vapour stream - from steam drying of valuable and bulk materials includes using previously recovered condensate as cooling medium

**Patent Number : WO9315816***International patents classification : B01D-003/00 B01D-005/00 F26B-003/10 B01D-001/00 B01D-003/14 C02F-011/12 C11D-011/02 F26B-021/00 F26B-025/00***• Abstract :**

WO9315816 A In the optimisation of disposal of a vapour sub-stream, contg. entrained valuable and/or inert materials, which is discharged as a steam-product stream from drying units operated with superheated steam and which is then (partially) condensed by heat exchange with a cooling medium, the novelty is that previously recovered condensate is used as the cooling medium in the condensation stage and is then subjected, together with the condensation heat extracted from the vapour sub-stream, to one or more thermal post-purificn. (distillation) stages; the loaded condensate is supplied as an aq. liq. phase to the thermal purificn. (distillation) operation and is partially re-evaporated by the transferred condensation heat; and a liq. stream, with increased concn. of entrained valuable and/or inert materials, is withdrawn from the distillation bottom phase.

Also claimed is use of the process for waste gas- and polluted waste water-free removal of dried valuable materials which are useful as or in wetting, washing and/or cleaning agents and which are recovered from their water-contg. preps. by drying with superheated steam.

USE/ADVANTAGE - The process is used for steam drying of water-contg. preps. of valuable and/or bulk materials, e.g. wetting, washing and/or cleaning agents or their components, toxic materials such as pesticides, herbicides or other room temp. solid toxic valuable and/or waste materials, and strong smelling materials such as clarification sludges (esp. of anaerobic type) or animal dung. The process is free of emissions (waste gas and waste water) without additional costs, and produces a high purity vapour condensate without substantial energy losses. (Dwg.1/2)

EP-625924 B In the optimisation of disposal of a vapour sub-stream, contg. entrained valuable and/or inert materials, which is discharged as a steam-product stream from drying units operated with superheated steam and which is then (partially) condensed by heat exchange with a cooling medium, the novelty is that previously recovered condensate is used as the cooling medium in the condensation stage and is then subjected, together with the condensation heat extracted from the vapour sub-stream, to one or more thermal post-purificn. (distillation) stages; the loaded condensate is supplied as an aq. liq. phase to the thermal purificn. (distillation) operation and is partially re-evaporated by the transferred condensation heat; and a liq. stream, with increased concn. of entrained valuable and/or inert materials, is withdrawn from the distillation bottom phase.

Also claimed is use of the process for waste gas- and polluted waste water-free removal of dried valuable materials which are useful as or in wetting, washing and/or cleaning agents and which are recovered from their water-contg. preps. by drying with superheated steam.

USE/ADVANTAGE - The process is used for steam drying of water-contg. preps. of valuable and/or bulk materials, e.g. wetting, washing and/or cleaning agents or their components, toxic materials such as pesticides, herbicides or other room temp. solid toxic valuable and/or waste materials, and strong smelling materials such as clarification sludges (esp. of anaerobic type) or animal dung. The process is free of emissions (waste gas and waste water) without additional costs, and produces a high purity vapour condensate without substantial energy losses.

(Dwg.1/1)

EP-625924 A A process for optimizing disposal of the stream of vapors laden with entrained useful and/or ballast materials which is removed as a steam product stream from drying installations operated with superheated steam as the drying gas and is then at least partly condensed by direct and/or indirect heat exchange with a cooling medium, characterized in that the vapour condensate accumulating is subjected to an at least one-stage thermal afterpurification, vapor condensate obtained by thermal purification beforehand being used as the cooling medium for condensation of the laden vapor stream removed from the drying installation and then being subjected to thermal post-purification together with the heat of condensation taken up by the vapor stream and the laden vapor condensate being delivered as aqueous liquid phase to the thermal purification stage (distillation stage) and being partly evaporated again by the heat of condensation transferred while a liquid stream with a high concentration of entrained useful and/or ballast materials is removed from the sump phase of the distillation stage. ((Dwg.1/2))

**• Publication data :**

Patent Family : WO9315816 A1 19930819 DW1993-34 B01D-005/00 Ger 28p \* AP: 1993WO-EP00263 19930204 DSNW: AU BB BG BR CA CZ FI HU JP KP KR LK MG MN MW NO PL RO RU SD SK US DSRW: AT BE CH DE DK ES FR GB GR IE IT LU MC NL OA PT SE

DE4209432 A1 19930930 DW1993-40 B01D-003/00 9p AP:

1992DE-4209432 19920324

AU9334531 A 19930903 DW1994-01 B01D-005/00 FD: Based

on WO9315816 AP: 1993AU-0034531 19930204

CN1076521 A 19930922 DW1994-25 F26B-003/10 # AP:

1993CN-0101458 19930211

EP-625924 A1 19941130 DW1995-01 B01D-005/00 Ger FD:

Based on WO9315816 AP: 1993EP-0917376 19930204; 1993WO-EP00263 19930204 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE

JP07503890 W 19950427 DW1995-25 B01D-005/00 FD: Based

on WO9315816 AP: 1993JP-0513747 19930204; 1993WO-

EP00263 19930204

EP-625924 B1 19951115 DW1995-50 B01D-005/00 Ger 16p FD:

Based on WO9315816 AP: 1993EP-0917376 19930204; 1993WO-EP00263 19930204 DSR: AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE

DE59300962 G 19951221 DW1996-05 B01D-005/00 FD: Based

on EP-625924; Based on WO9315816 AP: 1993DE-5000962

19930204; 1993EP-0917376 19930204; 1993WO-EP00263

19930204

ES2079981 T3 19960116 DW1996-10 B01D-005/00 FD: Based

**• Patentee & Inventor(s) :**

Patent assignee : (HENK ) HENKEL KGAA

Inventor(s) : FUES J; RAEHSE W; VOGLER R; VON HAAS R; FUES F

on EP-625924 AP: 1993EP-0917376 19930204  
BR9305862 A 19970218 DW1997-14 B01D-005/00 FD: Based  
on WO9315816 AP: 1993BR-0005862 19930204; 1993WO-  
EP00263 19930204  
Priority n° : 1992DE-4209432 19920324; 1992DE-4204035  
19920212; 1992DE-4204090 19920212; 1992DE-4206050  
19920227; 1992DE-4206495 19920302; 1992DE-4206521  
19920302; 1992DE-4208773 19920319; 1992DE-4209434  
19920319; 1993CN-0101458 19930211

Covered countries : 41

Publications count : 10

Cited patents : DE2746927; GB2064346; US3325970;  
US4289577

• Accession codes :

Accession N° : 1993-272611 [34]

Related Acc. N° : 1993-265373 1993-  
265395 1993-272606 1993-272607 1993-  
272608 1993-272610 1993-272870 1993-  
272871 1994-151298

Sec. Acc. n° CPI : C1993-121593

Sec. Acc. n° non-CPI : N1993-209402

• Derwent codes :

Manual code : CPI: C04-B04B C11-B  
D04-A01P J01-A02A J08-H01

Derwent Classes : C07 D15 D25 J01 J04  
J08 Q76

• Update codes :

Basic update code : 1993-34

Equiv. update code : 1993-40; 1994-01;  
1994-25; 1995-01; 1995-25; 1995-50; 1996-  
05; 1996-10; 1997-14



DEUTSCHES  
PATENTAMT

21 Aktenzeichen: P 42 09 432.1  
22 Anmeldetag: 24. 3. 92  
43 Offenlegungstag: 30. 9. 93

51 Int. Cl. 9:  
B 01 D 3/00  
B 01 D 5/00  
B 01 D 1/00  
B 01 D 3/14  
F 26 B 25/00  
C 02 F 11/12  
C 11 D 11/02  
// C 02 F 1/04, A 01 N  
25/04, 25/12

DE 42 09 432 A 1

71 Anmelder:  
Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

72 Erfinder:  
Rähse, Wilfried, Dr., 4000 Düsseldorf, DE; Fues,  
Johann Friedrich, Dr., 4048 Grevenbroich, DE;  
Vogler, Reiner, Dr., 4240 Emmerich, DE

24 Verfahren zur verbesserten Brüdenentsorgung bei der Heißdampftrocknung

57 Die Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Optimierung der Entsorgung des mit verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen belasteten Brüdenstromes, der als Wasserdampf-Produktstrom aus mit überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas betriebenen Trocknungsanlagen ausgeschleust und anschließend wenigstens teilweise durch indirekten Wärmeaustausch mit einem Kühlmedium kondensiert wird.

Die Erfindung sieht zum angegebenen Zweck eine wenigstens 1stufige destillative Nachreinigung des Brüdenkondensats vor. Dabei wird in der bevorzugten Ausführungsform durch Kreislaufführung eines Teilstromes aus dem Sumpf der Destillationsanlage Brüdenkondensat zur Aufnahme der Kondensationsenergie des dampfförmigen Brüdenstromes in einem indirekten Wärmetauscher eingesetzt. Das dabei anfallende Brüdenkondensat wird der Destillationsanlage zugeführt und hier in unmittelbarem Energieaustausch mit dem rückgeführten Teilstrom des aus der Sumpfphase abgezogenen Brüdenkondensats gebracht. Ein Flüssigteilstrom mit erhöhter Konzentration an verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen kann aus der Sumpfphase der Destillationsanlage abgezogen werden. Die Dampfphase aus der Destillationsvorrichtung wird in geeigneter Weise weiter verwertet.

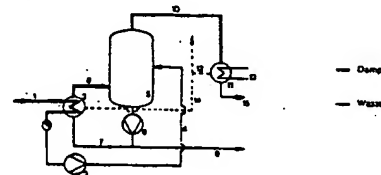


Fig. 1: Verdampfanlage

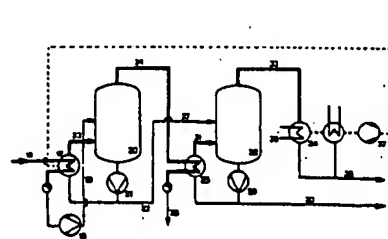


Fig. 2: Fließbild einer 2-stufigen Einheitenanlage für die praktische Realisierung

DE 42 09 432 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen  
BUNDESDRUCKEREI 08. 93 308 039/80

Die Erfindung betrifft das Gebiet der Trocknung was-  
serhaltiger Zubereitungsformen von Wertstoffen und/  
oder Ballaststoffen durch Behandlung des wasserhaltigen  
Einsatzgutes mit Trocknungsgasen auf Basis von  
Heißdampf.

Im Rahmen großtechnischer Trocknungsverfahren  
gewinnt in jüngster Zeit die Technologie der Heiß-  
dampftrocknung in ihren verschiedenartigen Ausgestal-  
tungen zunehmende Beachtung. Die Kreislaufführung  
des als Trocknungsgas eingesetzten überhitzten Was-  
serdampfes im geschlossenen System sowie die Möglich-  
keit der unmittelbaren Kondensation des ausgekreisten  
beziehungsweise abgezogenen Brudenteilstromes  
schaffen gute Voraussetzungen für das Betreiben sol-  
cher Trocknungsanlagen mit geringen, die Umwelt bela-  
stenden Emissionen. In der Fachliteratur wird vermutet,  
daß Heißdampftrockner zunehmend Beachtung finden  
werden, und zwar insbesondere dann, wenn sich die Kon-  
takttrocknung mit der Trocknung in Reindampf-atmo-  
sphäre verbinden läßt. Entsprechende Heißdampftrock-  
ner mit integrierten Kontaktheizflächen werden im  
großtechnischen Einsatz heute beispielsweise bei der  
Trocknung von Rübschnitzeln, Biomassen und anderen  
organischen Produkten für die Tierfuttermittelverwertung  
eingesetzt, vgl. hierzu beispielsweise D. Gehrmann "Ent-  
wicklungstendenzen der Trocknungstechnik in der che-  
mischen Industrie", Chem.-Ing. Tech. 62 (1990) A  
512-520, insbesondere die Unterkapitel 2.2 und 3.1.  
Verwiesen wird hier insbesondere auch auf die verschie-  
denen Möglichkeiten der Ausgestaltung solcher Heiß-  
dampftrocknungsanlagen. So kann die Trocknung bei-  
spielsweise in unterschiedlich ausgestalteten Dampf-  
wirbelschichten erfolgen. Die Trocknungszone kann auch  
als Heißdampf-Stromtrockner ausgebildet sein. Ent-  
sprechende Verfahren werden in neuerer Zeit in der  
Praxis zur Herstellung von Pulpe und anderen getrock-  
neten Naturstoffen wie Holz und Kohle eingesetzt.

Die Einsatzmöglichkeiten des Arbeitsprinzips der  
Heißdampftrocknung sind aber nicht auf derart ver-  
gleichsweise unempfindliche Einsatzmaterialien einge-  
schränkt. Die Anmelderin beschreibt in einer Mehrzahl  
älterer Patentanmeldungen die Anwendung dieses Ar-  
beitsprinzips auf Wertstoffe und Wertstoffgemische, die  
an sich für ihre Temperatursensitivität bekannt sind,  
gleichwohl aber vom Anwender beziehungsweise Ver-  
braucher nur in einer sehr hochwertigen Veredelungs-  
stufe — insbesondere als schütt- und/oder rieselfähiges  
Pulver beziehungsweise Granulat — angenommen wer-  
den. So beschreibt die Anmelderin in ihrer älteren An-  
meldung DE-A 40 30 688 ein Verfahren zur Gewinnung  
feinteiliger fester schütt- beziehungsweise rieselfähiger  
Wertstoffe oder Wertstoffgemische für Netz-, Wasch-  
und/oder Reinigungsmittel aus ihren wäßrigen Zuberei-  
tungen, wobei überhitzter Wasserdampf als trocken-  
ender Heißgasstrom eingesetzt und dabei die Trocknung  
des partikulären Gutes vor dessen Gefährdung durch  
thermische Einwirkung abgebrochen wird.

In einer Reihe weiterer älterer Anmeldungen der An-  
melderin werden besondere Ausgestaltungen und Ver-  
besserungen solcher Trocknungsverfahren mit über-  
hitztem Wasserdampf als Heißgasstrom und deren An-  
wendung auf das Gebiet der Wertstoffe und Wertstoff-  
gemische für Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel  
geschildert. Verwiesen wird in diesem Zusammenhang  
insbesondere auf die älteren deutschen Patentanmel-

dungen P 42 04 035.3, P 42 04 090.6, P 42 06 050.8, P  
42 06 521.6 und P 42 06 495.3.

Die vorliegende Erfindung geht von der Aufgabe aus,  
größtenteils einsetzbare Heißdampftrocknungsver-  
fahren in der im nachfolgenden geschilderten Weise  
weiter zu entwickeln und damit eine Optimierung der  
Arbeitsmöglichkeiten zugänglich zu machen, die sol-  
chen Systemen zur Heißdampftrocknung innewohnen.  
Die erfindungsgemäße Lehre setzt dabei an dem folgen-  
den Problem an: Die Heißdampftrocknung sieht in der  
Trocknungsanlage die Kreislaufführung des überhitzten  
Wasserdampfstromes durch die Trocknungsvorrich-  
tung(en) und die nachfolgende Abtrennung des Brü-  
denteilstromes vor, der der im Trocknungsprozeß ver-  
dampften Wassermenge entspricht. Der aus dem  
Dampfkreislaufstrom abgezogene Brudenteilstrom ist  
mehr oder weniger stark mit verschleppten, beispie-  
lsweise pulverförmigen, Wert- und/oder Ballaststoffen  
belastet. Vorgehen ist dementsprechend die möglichst  
weitgehende Abtrennung solcher mitgeschleppten  
Wert- und/oder Ballaststoffe aus diesem Kreislaufstrom  
des Dampfes, üblicherweise vor der Abtrennung des  
Brüden-Produktteilstromes. Diese Abtrennung kann  
durch Behandlung mit Filtern erfolgen, häufig sind aller-  
dings Schwerkrafttrennverfahren, insbesondere der  
Einsatz von Zyklon-Trennvorrichtungen vorgesehen.  
Eine vollständige Abtrennung der mitgeschleppten  
Feststoffanteile gelingt nicht. Der letztlich aus dem  
Dampfkreislauf ausgeschleuste Brudenteilstrom ist mit  
Restgehalten verschleppter Wert- und/oder Ballaststof-  
fe belastet. Bei der Trocknung gegebenenfalls in gerin-  
gen Mengen anfallende nicht kondensierbare Gasbe-  
standteile werden ebenfalls von dem kontinuierlich ab-  
gezogenen Brudenteilstrom aus dem System ausgetra-  
gen.

Für die Optimierung von Dampftrocknungsverfahren  
oder anderen unter Mitverwendung einer Heißdampf-  
Behandlungsstufe arbeitende Verfahren — beispie-  
lsweise entsprechende Agglomerationsverfahren — be-  
steht damit das Problem, den abgezogenen Wasser-  
dampfteilstrom in nachfolgenden Verfahrensschritten  
so aufzuarbeiten, daß die vom Dampf mitgeschleppten  
Begleitstoffe entweder in die Trocknung zurückgeführt  
oder wenigstens möglichst umweltunschädlich entsorgt  
werden können.

Die Lehre der Erfindung geht von der Aufgabe aus,  
hier substantielle Verbesserungen zu ermöglichen. Die  
erfindungsgemäße Lehre will insbesondere die prak-  
tisch emissionsfreie beziehungsweise abgas-/abwasser-  
freie Aufarbeitung des abgezogenen Brudenteilstromes  
ermöglichen, ohne daß für diesen Reinigungsaufwand  
wesentliche zusätzliche Kosten erforderlich werden.  
Die Erfindung will damit die Möglichkeit schaffen, in  
einem 1- oder mehrstufigen Nachbehandlungsverfahren  
ein vergleichsweise hochreines Brüdenkondensat ohne  
substantielle Energieverluste zur Verfügung stellen zu  
können.

Die technische Lösung der erfindungsgemäßen Auf-  
gabenstellung sieht die thermische Nachreinigung des  
primär anfallenden Brüdenkondensats vor, wobei durch  
die im nachfolgenden geschilderte Kreislaufführung von  
Produktströmen beziehungsweise -teilströmen die zu-  
sätzliche Aufgabenstellung der Optimierung des Ener-  
giehaushalts dieser Nachbehandlung erfüllt wird.

#### Gegenstand der Erfindung

Die Erfindung betrifft dementsprechend in einer er-

sten Ausführungsform ein Verfahren zur Optimierung der Entsorgung des mit verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen belasteten Brüdenteilstromes, der als Wasserdampf-Produktstrom aus mit überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas betriebenen Trocknungsanlagen ausgeschleust und anschließend wenigstens anteilsweise durch direkten und/oder indirekten Wärmeaustausch mit einem Kühlmedium kondensiert wird.

Das erfindungsgemäße Verfahren ist in dieser Ausführungsform dadurch gekennzeichnet, daß man das anfallende Brüdenkondensat einer wenigstens 1stufigen thermischen Nachreinigung unterwirft, wobei als Kühlmedium zur Kondensation des aus der Trocknungsanlage abgezogenen belastenden Brüdenteilstromes zuvor gewonnenes Brüdenkondensat eingesetzt und dann zusammen mit der vom Brüdenteilstrom aufgenommenen Kondensationswärme der thermischen Nachreinigung unterworfen wird, wobei weiterhin das belastete Brüdenkondensat der thermischen Reinigung — nachfolgend auch als "Destillationsstufe" bezeichnet — als wäßrige Flüssigphase zugeführt und hier mittels der übertragenen Kondensationswärme anteilig wieder verdampft wird, während aus der Sumpfphase der Destillationsstufe ein Flüssigteilstrom mit erhöhter Konzentration an verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen abgezogen wird.

Die Erfindung betrifft in weiteren Ausführungsformen die Anwendung dieses Verfahrens zur praktisch abgasfreien und praktisch abwasserfreien Gewinnung getrockneter Wertstoffe, Wertstoffgemische und/oder Ballaststoffe aus ihren wasserhaltigen Zubereitungen durch Behandlung, insbesondere Trocknung, mit überhitztem Wasserdampf. Die Anwendung dieses Verfahrens kann besondere Bedeutung für die emissionsfrei optimierte Trocknung von Wertstoffen und Wertstoffgemischen haben, die als Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel und/oder zur Verwendung in solchen Mitteln geeignet sind. Aber auch die Anwendung auf solche feuchten oder wäßrigen Einsatzmaterialien, die bei ihrer Behandlung beziehungsweise Trocknung bekanntermaßen beträchtliche Emissionsprobleme auslösen, ist eine wichtige Ausführungsform der erfindungsgemäßen Lehre. Lediglich beispielhaft sei hier die Trocknung von Klärschlamm oder von Tierfäkalien, wie Gülle, benannt, die bekanntlich — etwa bei der Trocknung anaerob gewonnener Klärschlämme — zu beträchtlichen Geruchsbelästigungen in der Praxis führen kann.

Ein weiteres wichtiges Einsatzgebiet für die Lehre der Erfindung ist die Behandlung von toxischen Materialien beispielsweise im Sinne einer Trocknung und/oder Agglomeration unter Mitverwendung von Heißdampf. Lediglich beispielhaft sei hier verwiesen auf hochtoxische Wertstoffgemische wie Pestizide oder Herbizide, deren Trocknung und/oder Agglomeration beträchtliche Schwierigkeiten aus dem Gesichtspunkt unerwünschter Emissionen bereiten. Werden hier beispielsweise bei der Gewinnung von trockenen Zubereitungsformen — Pulver und/oder Agglomerate — Gasphasen als Hilfsmittel eingesetzt, so ist die Verschleppung toxischer Wertstoffe und deren Beseitigung aus den eingesetzten Gasphasen ein beträchtliches technisches Problem. Aber auch die Beseitigung toxischer oder aus anderen Gründen unerwünschter Ballaststoffe aus entsprechend beladenen Gasströmen stellt die Praxis immer wieder vor substantielle Probleme. Die Erfindung gibt in breiter Anwendbarkeit hier Abhilfemöglichkeiten.

## Einzelheiten zur erfindungsgemäßen Lehre

Der Kern des erfindungsgemäßen Handelns liegt in der Kombination nachfolgender Elemente:

Der aus der Heißdampftrocknungsanlage abgezogene und mit verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen belastete Brüdenteilstrom, der dem in der vorgängigen Trocknungsanlage verdampften Wasseranteil entspricht, wird jetzt in einer wenigstens einstufigen Nachbehandlung nochmals thermisch, insbesondere destillativ gereinigt. Dabei soll dieser zusätzliche Reinigungsschritt den Energiehaushalt des Gesamtverfahrens nicht oder praktisch nicht belasten.

Zur Lösung dieser Aufgabe sieht die Erfindung in einer bevorzugten Ausführungsform die folgenden Verfahrenselemente vor: Der aus der Dampftrocknungsanlage üblicherweise mit Temperaturen oberhalb 100°C abgetrennte Brüdenteilstrom wird zunächst unter Ausbildung einer geschlossenen Flüssigphase kondensiert. Erfindungsgemäß ist es dabei bevorzugt, tatsächlich praktisch die gesamte Brüden gasphase in flüssiges Brüdenkondensat umzuwandeln. Hierdurch wird sichergestellt, daß die verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffe, soweit sie nicht bei der Verfahrenstemperatur ihrerseits gasförmige Komponenten sind, von der Flüssigphase des Brüdenkondensats aufgenommen und in dieser Form der nachfolgenden Arbeitsstufe der destillativen Reinigung zugeführt werden.

Mitgeschleppte und bei Verfahrenstemperatur gasförmige Anteile des aus der Heißdampftrocknungsanlage abgetrennten Brüdenteilstromes, die bei der Kondensation dieses Dampfstromes nicht in die Flüssigphase übergehen, können durch einfache Phasentrennung vom Brüdenkondensat und damit von dessen weiterer Behandlung abgetrennt und in umweltverträglicher Weise entsorgt werden, worauf im nachfolgenden noch im einzelnen eingegangen wird. Die Notwendigkeit der Abtrennung einer Gasphase in dieser ersten Arbeitsstufe der Kondensation des Brüdenteilstromes tritt in der Regel nicht oder nur in Sonderfällen auf. In aller Regel handelt es sich dann um vergleichsweise sehr beschränkte Mengen einer getrennten Gasphase, die ohne größere technologische Schwierigkeiten der angestrebten umweltfreundlichen Entsorgung zugeführt werden können.

Der angefallene Brüdenkondensatstrom wird als Flüssigphase in die der Heißdampftrocknung nachgeschaltete Eindampf- beziehungsweise Destillationsvorrichtung überführt. Gleichzeitig wird aber erfindungsgemäß in einer wichtigen Ausführungsform mit einem Anteil dieses Brüdenkondensats, der zweckmäßigerweise aus dem Sumpf der Destillationsvorrichtung entnommen wird, der nachfolgende Kreislauf eingerichtet beziehungsweise aufrechterhalten:

Der abgezogene Anteil an Brüdenkondensat wird einem indirekten Wärmeaustauscher zur Kondensation des aus der Heißdampfanlage abgezogenen Brüdenteilstromes zugeführt. Dort nimmt er im indirekten Wärmeaustausch die Verdampfungs- beziehungsweise Kondensationsenergie des dem Wärmetauscher zugeführten Brüden dampfteilstromes auf. Die angestrebte Kondensation des dampfförmig aus der Trocknungsanlage abgezogenen Teilstromes ist das Ergebnis. Das Kondensat wird unmittelbar in die Anlage zur thermischen Behandlung überführt. Ebenso wird der zur Kondensation des Dampfstromes eingesetzte und zuvor aus dem Sumpf der Destillationsanlage entnommene Teilstrom des Brüdenkondensats nach dem Verlassen des indirek-

aufgenommenen Kondensationsenergie der thermischen Behandlungsstufe zugeführt, insbesondere in die Destillationsanlage zurückgeführt. Auf diese Weise wird der im indirekten Wärmetauscher abgegebene Energiebetrag mittelbar oder unmittelbar der Destillationsanlage zugeführt und kann hier zur Verdampfung des Brüdenkondensatstromes und damit zur destillativen Nachreinigung im Sinne des erfindungsgemäßen Handelns verwertet werden.

In der besonders bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird dementsprechend ein Teilstrom des Brüdenkondensats aus dem Sumpf der Destillationsanlage abgezogen, durch den indirekten Wärmetauscher zur Aufnahme der Kondensationswärme des dampfförmig zugeführten Brüdenteilstromes geleitet, danach in die Destillationsanlage zurückgeführt und hier mit dem flüssigen Brüdenkondensat (dem Sumpf) unmittelbar vermischt. Der Überhitzer beziehungsweise Wärmeaustauscher kann dabei aber auch in an sich bekannter Weise in die Eindampf-/Destillationsanlage integriert sein. Durch geeignete und dem Fachmann bekannte Steuerung der Verfahrensparameter gelingt damit die unmittelbare Übertragung der Kondensations- beziehungsweise Verdampfungsenergie aus dem indirekten Wärmetauscher in die nachgeschaltete Destillationsanlage. Zweckmäßig kann es in an sich bekannter Weise hierzu sein, den Teilstrom des Brüdenkondensats unter erhöhten Drucken durch den indirekten Wärmetauscher zu führen, wobei soweit erhöhte Drucke bevorzugt sein können, daß der im Kreislauf geführte Teilstrom des Brüdenkondensats auch nach dem Verlassen des Wärmetauschers wenigstens überwiegend als Flüssigphase vorliegt.

Im kontinuierlichen Betrieb ist die im erfindungsgemäßen Verfahren benötigte Menge an in flüssiger Phase vorliegendem Brüdenkondensat (Sumpf) vergleichsweise beschränkt. Sie wird einerseits bestimmt durch den Kreislauf des Brüdenkondensats aus der Destillationsanlage über beziehungsweise durch den indirekten Wärmeaustauscher mit der nachfolgenden Überführung der Kondensations- beziehungsweise Verdampfungsenergie in die Destillationsanlage zurück.

Zusätzlich ist das Ziel der erfindungsgemäßen Nachreinigung zu beachten. In dem flüssigen Brüdenkondensat reichern sich alle nicht gasförmigen mitgeschleppten Wert- und/oder Ballaststoffe an. In dieser Form können sie als ein Teilstrom dem erfindungsgemäß nachgeschalteten Reinigungszyklus entnommen werden. Dementsprechend sieht die erfindungsgemäße Lehre vor, absatzweise oder vorzugsweise kontinuierlich dem in Flüssigphase vorliegenden Sumpf der Destillationsanlage einen Teilstrom zu entnehmen, in dem die aus der Heißdampftrocknungsanlage mitgeschleppten Stoffanteile in erhöhter Konzentration vorliegen. Dieser Teilstrom kann mittelbar oder unmittelbar der Heißdampftrocknungsanlage wieder zugeführt werden. Die unmittelbare Rückführung dieses Konzentratstromes bedarf keiner weiteren Erläuterung. Ein Beispiel für die mittelbare Rückführung ist das folgende: Werden in der Heißdampftrocknungsanlage Wertstoffe getrocknet, die zuvor durch gezielte Konditionierung mit wäßrigen Phasen in eine optimale Beschaffenheit für den Einsatz in der Heißdampftrocknungsanlage aufbereitet werden, so kann das verschleppte Wertstoffe enthaltende Konzentrat aus dem Sumpf der nachgeschalteten Destillationsanlage zunächst in die Stufe der vorbereitenden Konditionierung des in der Heißdampftrocknungsanlage zu

trockneten Wertstoffen beziehungsweise wertstoffgemisches eingesetzt werden.

Es hat sich gezeigt, daß durch eine einfache 1stufige thermische Nachbehandlung im Sinne des erfindungsgemäßen Handelns wirkungsvolle Stofftrennungen zwischen den zu reinigenden Wasserdampfbrüden und den verschleppten Wert- beziehungsweise Ballaststoffen erreicht werden können. Für diese Möglichkeit ist insbesondere gerade auch der folgende Sachverhalt zu berücksichtigen: Die Arbeitsbedingungen in der Heißdampftrocknungsanlage werden dort primär durch das angestrebte Arbeitsergebnis des Trocknungsschrittes bestimmt. Der abgezogene Brüdenteilstrom kann dementsprechend unter Arbeitsbedingungen von Druck und insbesondere Temperatur stehen, die zu einer substantiellen Verschleppung von Wert- und/oder Ballaststoffen zusammen mit dem abgezogenen Wasserdampfteilstrom führen. Demgegenüber sind die Arbeitsbedingungen in der erfindungsgemäß vorgesehenen nachgeschalteten destillativen Reinigung nicht mehr auf das angestrebte Trocknungsergebnis der Heißdampftrocknungsanlage einzustellen, bestimmend sind hier für die gewählten Arbeitsbedingungen die angestrebte optimale Trennung zwischen Wasserdampfbrüden und verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen. Es leuchtet sofort ein, daß durch diesen nachgeschalteten Arbeitsschritt völlig neue Möglichkeiten zur verbesserten Systemtrennung gegeben sind. Die erfindungsgemäße Lehre nutzt diese Möglichkeit nicht nur, durch die geschilderte Sequenz und Kombination von Arbeitsschritten wird dieser gezielte Zugriff zu den veränderten Arbeitsbedingungen aus der Nutzung des Energiehaushaltes des Gesamtsystems ohne wesentliche Energieverluste möglich.

Die aus der Eindampf- beziehungsweise Destillationsanlage abgezogene Dampfphase kann nachfolgend durch bevorzugt indirekten Wärmeaustausch erneut kondensiert und — hinreichende Reinigung vorausgesetzt — gewünschtenfalls einer weiteren Verwertung zugeführt werden. Der indirekte Wärmeaustausch in dieser zweiten Kondensationsstufe stellt sicher, daß die Übertragung der Kondensationsenergie die unerwünschte Verschleppung von irgendwelchen Wert- und/oder Ballaststoffen ausschließt. Auch bei dieser zweiten Kondensation besteht je nach Beschaffenheit des eingesetzten belasteten Brüdenteilstromes die Möglichkeit der Absonderung geringer Mengen einer Abgasphase. Die hier noch auftretenden Mengen einer solchen gasförmigen Phase sind so gering, daß die umweltfreundliche zuverlässige Entsorgung ohne technologische Schwierigkeiten sichergestellt werden kann.

Die Verdampfung des Brüdenkondensats in der destillativen Reinigung kann 1stufig im Sinne eines einfachen Übertreibens erfolgen. Eine solche möglichst einfache Auslegung der Destillationsanlage kann immer dann zweckmäßig sein, wenn durch eine solche 1stufige Behandlung eine hinreichende Reinigung des belasteten Brüdenteilstromes unter Abtrennung der mitgeschleppten Wert- und/oder Ballaststoffe möglich ist. Werden an die Auftrennung des belasteten Brüdenkondensats erhöhte Anforderungen gestellt, so erschließen sich für die erfindungsgemäße Reinigung des Flüssigkeitsstromes eine Mehrzahl von Möglichkeiten, die auch miteinander verbunden werden können.

In einer ersten Ausführungsform sieht hier die Erfindung vor, die destillative Reinigung durch Einsatz von entsprechenden Kolonnen mit Packungen beziehungsweise Füllkörpern vorzunehmen. Für die Ausgestaltung,

Auslegung und den Betrieb solcher Fraktionierkolonnen gilt das allgemeine Fachwissen, auf das hier ausdrücklich verwiesen wird. Die optimale Rektifikationstemperatur wird der jeweiligen Problemstellung angepaßt.

In einer anderen Konzeption zur verbesserten Reinigung des belasteten Bründenkondensats — die auch mit der zuletzt geschilderten fraktionierten Destillation kombiniert werden kann — sieht die Erfindung vor, mit einer Mehrzahl von Destillationsstufen zu arbeiten. Eine weitere Konzeption sieht vor, in einer mehrstufigen Eindampfanlage — zum Beispiel bis zu 5 Stufen, vorzugsweise 2 oder 3 Stufen — zu arbeiten. Ein gegebenenfalls anfallender Wärmeüberschuß kann in allen Fällen in Form von Heißwasser gewonnen werden.

In einer bevorzugten Ausführungsform sieht die Erfindung für die zuletzt geschilderte Konzeption der Reinigung in einer Folge mehrerer voneinander getrennter Eindampf- beziehungsweise Destillationsanlagen weiterhin vor, auch hier die Mehrzahl der Reinigungsschritte praktisch vollständig aus dem Energiehaushalt des aus der Dampftrocknungsanlage abgezogenen belasteten Bründenteilstromes zu bewältigen. Hierzu wird im Sinne der Erfindung jeweils die Kondensationswärme aus der Kondensation der Dampfphase einer vorgängigen Arbeitsstufe durch bevorzugt indirekten Wärmeaustausch in den Sumpf des in der nachfolgenden Destillationsstufe zu verdampfenden Kondensats eingetragen. Auch hier kann wieder ein Teilstrom als Träger für die Überführung dieser Kondensationswärme in die nachfolgende Destillationsstufe eingesetzt werden. Dabei wird sinngemäß so vorgegangen wie es eingangs für das 1stufige Destillationsverfahren geschildert ist. Der aus dem indirekten Wärmeaustauscher abgezogene und die Kondensationswärme enthaltende Flüssigteilstrom wird dementsprechend — zweckmäßigerweise unter angemessenem Überdruck — in die nachfolgende Destillationsstufe unmittelbar eingespeist und dort unmittelbar mit dem aus dem Wärmetauscher abgezogenen Kondensatstrom vermischt. Auf diese Weise wird dieses Kondensat dann in der nachgeschalteten Arbeitsstufe wieder verdampft und kann sinngemäß in eine weiterführend gereinigte Dampfphase und eine Wert- und/oder Ballaststoffe in erhöhter Konzentration enthaltende Sumpfphase aufgeteilt werden.

Wird mit einer solchen Mehrzahl von einander nachgeschalteten Eindampf- beziehungsweise Destillationsstufen gearbeitet, so kann Wert- und/oder Ballaststoffkonzentrat aus dem Sumpf jeder einzelnen Destillationsstufe oder auch einer ausgewählten kleineren Zahl der Destillationsanlagen oder auch aus nur einer Destillationsstufe abgezogen werden. In dem zuletzt genannten Fall wird der belastete Sumpfteilstrom im allgemeinen aus der letzten Destillationsanlage abgezogen werden. Die jeweiligen Dampfphasen der einzelnen Destillationsstufen können in ihrer Gesamtheit als Kondensat in die nachfolgende Destillationsstufe überführt werden, ebenso ist es aber auch möglich, jeweils nur einen Anteil der kondensierten Dampfphase aus einer vorgängigen Destillationsstufe in die nachfolgende Destillationsstufe(n) überzuführen. Im einzelnen wird hier das technische Handeln durch die Beschaffenheit der zu reinigenden belasteten Bründenteilströme, die Beschaffenheit der mitgeschleppten Wert- und/oder Ballaststoffe und durch die sich daraus jeweils ableitenden Entsorgungsmöglichkeiten bestimmt.

Beim Einsatz einer solchen Mehrzahl aufeinanderfolgender Destillationsstufen kann es zweckmäßig sein, in

den einzelnen Arbeitsstufen mit unterschiedlichen Drucken zu arbeiten. Vorzugsweise wird dabei eine stufenweise Reduktion des Arbeitsdruckes zwischen einer vorgängigen Destillationsstufe und einer nachfolgenden Destillationsstufe vorgesehen. In diesem Sinne ist es möglich und fällt in den Rahmen der Erfindung, auf eine Destillation im Bereich des Normaldrucks eine nachfolgende Vakuumdestillation des Kondensats aus der ersten Reinigungsstufe bei vergleichsweise niederen Drucken vorzunehmen. In der Regel wird bei einer solchen stufenweisen Absenkung des Arbeitsdruckes in den aufeinanderfolgenden Destillationsstufen jedoch mit vergleichsweise geringen Druckabsenkungen zwischen den einzelnen Stufen gearbeitet. So ist es für ein solches Arbeiten bevorzugt, in einer nachfolgenden Destillationsstufe den Arbeitsdruck nur so weit zu senken, daß die Siedetemperatur des Wassers höchstens etwa 20 bis 30°C, vorzugsweise nicht mehr als 20°C und insbesondere nicht mehr als 10°C, abgesenkt wird. Schon vergleichsweise schwach abgesenkte Siedetemperaturen in der nachfolgenden Destillationsstufe, die im Bereich bis etwa 5°C unterhalb der Siedetemperatur des Wassers in der vorgängigen Destillationsstufe liegen, können wirkungsvoll für die erfindungsgemäße Lehre eingesetzt werden. Die Maßnahme einer solchen stufenweisen Reduktion des Arbeitsdruckes in beschränktem Ausmaß erleichtert den technologischen Gesamtaufwand des Verfahrens, begünstigt den Energiehaushalt des Reinigungsverfahrens in seiner Gesamtheit und ermöglicht damit eine Optimierung des Arbeitsergebnisses im Sinne der angestrebten Reinigung des belasteten Bründenteilstromes unter kostenmäßig und ökologisch akzeptablen Bedingungen.

Die Lehre der Erfindung schließt eine direkte Einleitung des Bründendampfes in das Kondensat in einer oder in mehreren Arbeitsstufen der Brüdenreinigung gemäß dem Stand des Wissens über Eindampfanlagen ausdrücklich ein, wenn auch der indirekte Wärmeaustausch bevorzugt sein kann.

Der Energieinhalt des Dampfes aus der letzten Destillationsstufe kann in aller Regel wiederum noch zum indirekten Wärmeaustausch, beispielsweise zum Aufheizen von Brauchwasser, eingesetzt werden und geht damit dem Gesamtverfahren nicht verloren. Die gereinigten Kondensatströme können je nach eingestelltem Reinheitsgrad und Bedarf als Brauchwasser — beispielsweise zur Reinigung technischer Anlagen als Spülwasser — gewünschtenfalls aber auch ganz einfach als wenigstens weitgehend umweltneutrales Abwasser verwendet beziehungsweise entsorgt werden.

Es leuchtet sofort ein, daß das erfindungsgemäße Reinigungsverfahren für belastete Bründenteilströme beliebigen Ursprungs geeignet ist. Die erfindungsgemäße Lehre eignet sich dementsprechend als Ergänzung nicht nur für mit Heißdampf betriebene Sprühtrocknungs- oder Wirbelschichtenanlagen, auch beliebige andere Verfahrenstypen, beispielsweise eine mit Heißdampf betriebene Granulation, insbesondere Aufbaugranulation, entsprechend betriebene Dünnschichtverdampfer, insbesondere Fallfilmverdampfer mit oder ohne Zwangsbewegung des zu trocknenden beziehungsweise einzudampfenden Materials in dünner Schicht, sind geeignete Vorstufen für das erfindungsgemäße Verfahren. In allen Kombinationen ergänzt die erfindungsgemäße Lehre die vorgängige Heißdampf-Arbeitsstufe sinnvoll: Das Arbeiten mit dem im Kreislauf geführten Heißdampfstrom schränkt gegenüber den bis heute beherrschenden Arbeitsverfahren mit einer nicht oder nur anteils-



... im Bereich der Abgasphase die Abgas- beziehungsweise Abgasproblematik bereits substantiell ein. Die erfindungsgemäße Lehre der Aufarbeitung des belasteten abgezogenen Brüdenstromes ermöglicht jetzt erstmalig wirkungsvoll auch hier die praktisch schadstofffreie Entsorgung. Gegebenenfalls auftretende geringe Abgasmen gen können in den geschilderten Verfahrensstufen sicher beherrscht und einer umweltfreundlichen Entsorgung, beispielsweise durch gezielte thermische Behandlung, insbesondere gezielte Verbrennung, durch Biofilter und dergleichen, zugeführt werden. Probleme aus der Abwasserentsorgung sind beseitigt. Die erfindungsgemäße Lehre erstreckt sich damit auf den Gesamtbereich der Aufkonzentration, der Trocknung, der Pulverisierung und/oder der Granulierung von Wert- und/oder Ballaststoffen beliebigen Ursprungs. Die eingangs genannten Arbeitsgebiete der Trocknung und/oder Granulierung von Wertstoffen und Wertstoffgemischen aus dem Bereich der Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel einerseits sowie die Trocknung eines in großen Mengen anfallenden Ballaststoffes von der Art der Klärschlämme aus kommunalen und/oder industriellen Abwasseranlagen sind dementsprechend lediglich beispielhaft bezüglich des Anwendungsbereiches der erfindungsgemäßen Lehre zu verstehen. Gleichwohl handelt es sich hier um zwei charakteristische Beispiele, die die praktische und technologische Bedeutung der erfindungsgemäßen Lehre ersichtlich werden lassen.

Die eingangs genannte DE-A 40 30 688 und die älteren deutschen Patentanmeldungen der Anmelderin gemäß P 42 04 035.3, P 42 04 090.6, P 42 06 050.8, P 42 06 521.6 und P 42 06 495.3 beschreiben wichtige Einzelheiten zur Heißdampftrocknung von Wertstoffen für Wasch- und Reinigungsmittel mit überhitztem Wasserdampf. Die Offenbarung dieser Schutzrechte beziehungsweise Schutzrechtsanmeldungen wird hiermit ausdrücklich auch zum Gegenstand der vorliegenden Erfindungsoffenbarung gemacht. Ein Teilproblem, das die großtechnischen Trocknungsverfahren solcher Wertstoffe beziehungsweise Wertstoffgemische beträchtlich belastet, ist das sogenannte Pluming, d. h. die Verschleppung von insbesondere nichtionischen Tensidkomponenten durch ihre Wasserdampflichkeit. Im Sinne des erfindungsgemäßen Handelns gelingt eine zuverlässige Abtrennung primär durch Pluming verschleppter Niotensidanteile durch eine 1- oder mehrstufige Nachreinigung im Sinne der erfindungsgemäßen destillativen Abstrombehandlungen.

Die Klärschlamm-trocknung ist ein Beispiel für einen anderen Problembereich, der im Sinne der Erfindung einer verbesserten Lösung zugeführt werden kann: Insbesondere die heute im großen Umfang anfallenden Klärschlamm-massen anaeroben Ursprungs führen bis heute bei ihrer Trocknung zu einer nur schwer beherrschbaren Geruchsbelastung. Erst in jüngster Zeit wird versucht, die Klärschlamm-trocknung mittels Heißdampf und Brüdenkreislau fführung vorzunehmen. Problematisch bleibt gleichwohl die Aufarbeitung des abgezogenen belasteten Brüdenstromes, der der verdampften Wassermenge entspricht und möglichst umweltverträglich entsorgt werden muß. Die Lehre der Erfindung ermöglicht in angegebener Weise eine gewünschtenfalls mehrfache Abtrennung nicht kondensierbarer und besonders stark geruchsbelasteter Gasphasen und deren gezielte Vernichtung, beispielsweise durch thermische Behandlung. Gleichzeitig gelingt es, die Geruchsintensität der gegebenenfalls mehrstufig

kondensierten Dampfphase soweit abzusinken, daß ihre Entsorgung auf konventionellem Wege problemlos wird. Dabei ist eine solche Reinigungsoperation, wie ausführlich dargestellt, praktisch ohne zusätzlichen Eintrag von Fremdenergie in die erfindungsgemäße der Dampftrocknung nachgeschaltete(n) Reinigungsstufe(n) möglich.

Die Fig. 1 und 2 zeigen beispielhaft Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Brüdenreinigung.

Der belastete Brüdenstrom aus einer Heißdampftrocknungsanlage wird gemäß Fig. 1 durch Leitung 1 einem indirekten Wärmeaustauscher 2 zugeführt und hier in seiner Gesamtheit zur Flüssigphase kondensiert. Eine dabei gegebenenfalls anfallende geringfügige nicht kondensierbare Gasmenge kann beispielsweise über die Leitung 14 abgezogen und in geeigneter Weise entsorgt werden. Der aus dem Wärmeaustauscher 2 abgezogene Flüssigstrom wird mittels der Pumpe 3 über die Leitung 4 in die Destillationsanlage 5 gepumpt. Aus dem Sumpf dieser Destillationsvorrichtung 5 wird mittels der Pumpe 6 über die Kreislaufleitung 7 Sumpfkondensat in den Wärmeaustauscher 2 geführt. Dieser Kondensatteilstrom nimmt die Kondensationsenergie des über Leitung 1 zugeführten Brüdenstromes auf. Über Leitung 8 wird der entsprechend aufgeheizte Flüssigkreislaufstrom aus dem Sumpf der Destillationsvorrichtung in die Destillationsanlage 5 zurückgeführt und hier zum unmittelbaren Wärmeaustausch mit der über Leitung 4 zugeführten Brüdenkondensatmenge gebracht.

Über Leitung 9 wird ein Anteil des Sumpfkonzentrats aus 5 abgezogen. Dieser Konzentratstrom kann mittelbar oder unmittelbar in die Dampftrocknungsanlage zurückgeführt werden.

Der in 5 erzeugte Wasserdampf wird über Leitung 10 abgezogen und in dem indirekten Wärmeaustauscher 11, beispielsweise zur Erzeugung von Warmwasser, eingesetzt, das über 13 diesem indirekten Wärmeaustauscher 11 zugeführt und daraus wieder abgezogen wird. Das über Leitung 15 aus dem Wärmeaustauscher 11 abgezogene Dampfkondensat kann als Brauchwasser weiterverwendet oder als Abwasser entsorgt werden. Gegebenenfalls nicht kondensierbare gasförmige Anteile aus dem die Destillationsanlage 5 verlassenden Dampfstrom können über Leitung 12 einer Abgasentsorgung zugeführt werden.

Die Fig. 2 zeigt beispielhaft eine 2stufige Aufarbeitung des belasteten Brüdenstromes im Sinne des erfindungsgemäßen Handelns.

Der belastete Brüdenstrom wird dem indirekten Wärmeaustauscher 17 über die Leitung 16 zugeleitet und verläßt als Kondensat den Wärmeaustauscher. Mittels der Pumpe 18 und der Leitung 19 wird das Brüdenkondensat in die erste Destillationsanlage 20 eingespeist. Aus dem Sumpf dieser Destillationsanlage wird mittels der Pumpe 21 über Leitungen 22 und 23 der Kreislauf des Flüssigteilstromes durch den indirekten Wärmeaustauscher 17 zur Kondensation des belasteten Brüdenstromes eingestellt.

Das über Leitung 19 in die erste Destillationsstufe 20 eingeleitete Brüdenkondensat wird mittels der über Leitung 23 zugeführten Kondensations- beziehungsweise Verdampfungsenergie durch unmittelbare Vermischung der Materialströme aus 19 und 23 anteilsweise wieder verdampft. Der Dampf verläßt über Leitung 24 die erste Destillationsstufe und wird in dem indirekten Wärmeaustauscher 25 zur Flüssigphase kondensiert. Über Leitung 26 kann das Kondensat in mehrfacher Weise weitergeführt werden. Je nach Reinigungsgrad kann es als

Brauchwasser eingesetzt werden, es kann gegebenenfalls als Abwasser entsorgt werden, es ist aber auch möglich — in der Zeichnung allerdings nicht ausdrücklich dargestellt — diesen Kondensatanteil ebenfalls der zweiten Destillationsstufe 28 zuzuführen.

Über die Leitung 27 wird der nicht verdampfte und nicht als Kreislaufstrom benötigte Anteil des Sumpfes aus der Destillationsanlage 20 in die zweite Destillationsstufe 28 geleitet und hier mit einem aufgeheizten zweiten Kreislaufstrom in unmittelbarem Energieaustausch gebracht, der durch Abziehen eines Anteils des Sumpfes aus 28 mittels der Pumpe 29 und der Kreislauf-führung über die Leitung 30, den indirekten Wärmetauscher 25 und die Rückföhrleitung 31 in 28 eingegeben wird. Die in der zweiten Destillationsstufe gebildete Dampfphase verläßt über 33 die Vorrichtung und kann über den indirekten Wärmetauscher 34 beispielsweise zur Warmwassererzeugung (Zu- und Ableitung 36) eingesetzt werden. Das dabei erzeugte Kondensat verläßt über 38 den indirekten Wärmetauscher 34 und kann wieder beliebigen Verwendungszwecken als Brauchwasser und/oder als Abwasser zugeführt werden, Wert- und/oder Ballaststoffe in erhöhter Konzentration enthaltende Flüssigphasenanteile aus dem Sumpf der zweiten Destillationsvorrichtung 28 werden über Leitung 32 ausgeschleust und mittelbar oder unmittelbar in die Heißdampftrocknung zurückgegeben.

Die Fig. 2 zeigt die Möglichkeit mittels der Pumpe 37 den Arbeitsdruck der zweiten Destillationsstufe zu regulieren und gegenüber dem Arbeitsdruck der ersten Destillationsstufe abzusenken.

Die nachfolgenden Beispiele beschreiben konkrete Betriebsdaten und Ergebnisse im Sinne des technischen Handelns der Erfindung, dabei wird auf die Fig. 1 Bezug genommen.

#### Beispiele

##### Beispiel 1

An einem Versuchsprühturm im Technikumsmaßstab der Firma Niro-Atomizer wurde ein Versuch zur Erzeugung von Pulverprodukt aus Waschmittelslurry in überhitztem Wasserdampf durchgeführt. Der zugeführte Massenstrom an Slurry betrug 20,8 kg/h, was einem Volumenstrom von 16 l/h entsprach, dabei wies der Slurry einen Wassergehalt von 50% auf. Hierbei wurde der als Trocknungsmedium genutzte Wasserdampf im Kreislauf geführt und lediglich der dem Produkt entzogene Wasseranteil ausgekreist und im nachfolgenden Arbeitsschritt aufbereitet.

Hierzu wird zuvor angefallenes Kondensat des ausgekreisten Brödenteilstromes in einem Verdampfer mit Zwangsumlauf und innenliegendem Wärmetauscher aufkonzentriert, wobei die Beheizung des Verdampfers durch den aus dem Trocknungskreislauf ausgeschleusten Dampf erfolgte. Das aus dem Wärmetauscher austretende Kondensat wurde dem Verdampfer als Feed zugeführt. Der Heißdampf aus dem Trocknungskreislauf trat während des Versuches mit 179°C in den Wärmetauscher des Verdampfers ein. Bei der Einstellung des Konzentratrückflusses zum Wärmetauscher ist zu beachten, daß die Rückflußmenge einerseits die Kondensation des in die Eindampfanlage eintretenden Dampfstromes garantiert und andererseits noch eine Überhitzung des rückgeführten Konzentratstromes gewährleistet bleibt. Hierfür wurde bei der Versuchsdurchführung derart vorgegangen, daß man den Rück-

fluß so einstellte, daß am Wärmetauscher gerade eine vollständige Kondensation des eintretenden Dampfes erreicht wurde.

Durch Kondensation des aus dem Verdampfer abgezogenen Brödentestromes wurde durch mittelbaren Wärmeaustausch Warmwasser von 81°C erzeugt (Eintrittstemperatur: 15°C), der Warmwasserstrom belief sich dabei auf ca. 74 l/h. Das den Wärmetauscher verlassende Kondensat hatte eine Temperatur von 63°C bei einem Mengenstrom von ca. 9,6 kg/h.

Hinter dem Kondensator konnte ein geringer Gasstrom festgestellt werden, der sich aus angesaugter Falschlüft sowie nicht kondensierten Anteilen des Dampfstromes zusammensetzte. Dieser Gasstrom wurde quantitativ nicht bestimmt.

Der mit der Eindampfanlage erzeugte und daraus abgezogene Konzentratstrom belief sich auf ca. 0,2 kg/h.

##### Beispiel 2

In einem weiteren Versuch an der Trocknungsanlage der Firma Niro-Atomizer, Typ "Minor Produktion", wurde Waschmittelslurry durch Versprühen in überhitztem Wasserdampf getrocknet. Während des Versuches belief sich der Slurrystrom (50% Wassergehalt) auf 32,5 kg/h, was einem Volumenstrom von 25 l/h entsprach. Der Wasserdampf, der als Trocknungsmedium diente, wurde im Kreislauf geführt, wobei der überschüssige Dampf aus dem Kreislauf ausgeschleust wurde.

Mit dem ausgekreisten Dampf wurde der Wärmetauscher der nachgeschalteten Eindampfanlage gespeist, das aus dem Wärmetauscher austretende Kondensat wurde anschließend dem Verdampfer als Feed zugeführt. Die Temperatur des Dampfstromes, mit der der Dampf in den Wärmetauscher eintrat, belief sich während des Versuches auf 168°C.

Der am Verdampfer anfallende Brödentestrom wurde in einem Kondensator zur Erzeugung von Warmwasser von 79°C genutzt (Temperatur des Kaltwassers: 15°C). Es konnten während dieses Versuches ca. 109,8 l/h Warmwasser erzeugt werden. Die am Ausgang gemessene Temperatur des Kondensates betrug 66°C, der Massenstrom an Kondensat belief sich auf ca. 13,9 kg/h. Auch in diesem Versuch konnte hinter dem Kondensator ein Gasstrom festgestellt werden, der aber nicht erfaßt wurde.

Während des Versuches wurde aus dem Verdampfer ein Konzentratstrom von ca. 0,4 kg/h abgezogen.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Optimierung der Entsorgung des mit verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen belasteten Brödentestromes, der als Wasserdampf-Produktstrom aus mit überhitztem Wasserdampf als Trocknungsgas betriebenen Trocknungsanlagen ausgeschleust und anschließend wenigstens anteilsweise durch direkten und/oder indirekten Wärmeaustausch mit einem Kühlmedium kondensiert wird, dadurch gekennzeichnet, daß man das anfallende Brödentestkondensat einer wenigstens 1stufigen thermischen Nachreinigung unterwirft, wobei als Kühlmedium zur Kondensation des aus der Trocknungsanlage abgezogenen belasteten Brödenteststromes zuvor gewonnenes Brödentestkondensat eingesetzt und dann zusammen mit der vom Brödenteststrom aufgenommenen Kondensationswärme der thermischen Nachreinigung unterwor-

ten wird, wobei weiterhin das belastete Brüdenkondensat der thermischen Reinigung (Destillationsstufe) als wäßrige Flüssigphase zugeführt und hier mittels der übertragenen Kondensationswärme anteilig wieder verdampft wird, während aus der Sumpfphase der Destillationsstufe ein Flüssigteilstrom mit erhöhter Konzentration an verschleppten Wert- und/oder Ballaststoffen abgezogen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Sumpf der Destillationsstufe durch direkten oder indirekten Wärmeaustausch mit Hilfe der Kondensationswärme des dampfförmig zugeführten Brüdenteilstromes überhitzt wird.

3. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß zur Kondensation des belasteten Brüdenteilstromes in den Sumpf der Destillationsstufe ein indirekter Wärmeaustauscher integriert ist oder bevorzugt ein Teilstrom des Brüdenkondensats aus dem Sumpf der Destillationsstufe abgezogen, durch einen indirekten Wärmeaustauscher zur Aufnahme der Kondensationswärme des dampfförmig zugeführten Brüdenteilstromes geleitet, dann in die Destillationsstufe zurückgeführt und hier mit dem flüssigen Brüdenkondensat unmittelbar vermischt wird.

4. Verfahren nach Ansprüchen 1 und 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Übertrag der Kondensationswärme in die Destillationsstufe mit dem fließfähigen Trägermedium unter erhöhtem Druck erfolgt, wobei soweit erhöhte Drucke bevorzugt sein können, daß der im Kreislauf geführte Teilstrom des Brüdenkondensats (Sumpf) auch nach dem Verlassen des Wärmeaustauschers wenigstens überwiegend als Flüssigphase vorliegt.

5. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die aus der Destillationsstufe abgezogene Dampfphase durch bevorzugt indirekten Wärmeaustausch erneut kondensiert und dann gewünschtenfalls einer weiteren Verwertung zugeführt wird.

6. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß in den einzelnen Kondensationsstufen gegebenenfalls anfallende nicht kondensierbare Gasphasen umweltverträglich entsorgt werden.

7. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß der mit Wert- und/oder Ballaststoffen angereicherte und aus dem Sumpf der Destillationsstufe abgezogene Flüssigteilstrom mittelbar oder unmittelbar in die Dampftrocknungsstufe zurückgeführt wird.

8. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß mit mehreren, vorzugsweise 2 oder 3 Destillationsstufen für den belasteten Brüdenkondensatstrom gearbeitet wird, wobei bevorzugt jeweils die Kondensationswärme aus der Kondensation der Dampfphase der vorgängigen Destillationsstufe durch Wärmeaustausch in diese nachfolgende Destillationsstufe übertragen wird.

9. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß in den aufeinanderfolgenden Destillationsstufen bei stufenweise reduzierten Drücken gearbeitet wird.

10. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die erste Destillationsstufe bei Normaldruck und eine zweite Destillationsstufe bei mäßig verringertem Druck, vorzugsweise bei einer Absenkung der Siedetemperatur des Wassers um

nicht mehr als 20°C und insbesondere um nicht mehr als 10°C, gearbeitet wird.

11. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdampfung des Brüdenkondensats in der destillativen Reinigung 1stufig und/oder als fraktionierte mehrstufige Destillation vorgenommen wird.

12. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der zu entsorgende Brüdenteilstrom aus der Trocknung von Wertstoffen beziehungsweise Wertstoffgemischen mittels überhitztem Wasserdampf stammt, die als Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel und/oder zur Verwendung in solchen Mitteln geeignet sind.

13. Verfahren nach Ansprüchen 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß der zu entsorgende Brüdenteilstrom aus der Wasserdampftrocknung eines die Umwelt belastenden wasserhaltigen Gutes, beispielsweise aus der Trocknung und/oder Agglomeration von toxischen Materialien, wie Pestiziden, Herbiziden und anderen bei Raumtemperatur festen toxischen Wert- und/oder Abfallstoffen oder aus der Trocknung von stark geruchsbelasteten Materialien, wie Klärschlämmen, insbesondere anaeroben Klärschlämmen, oder Tierfäkalien entstammt.

14. Anwendung des Verfahrens nach Ansprüchen 1 bis 12, zur von Abgasen und belasteten Abwässern praktisch freien Gewinnung getrockneter Wertstoffe und Wertstoffgemische, die als Netz-, Wasch- und/oder Reinigungsmittel und/oder zur Verwendung in solchen Mitteln geeignet sind und aus ihren wasserhaltigen Zubereitungen durch Trocknung mit überhitztem Wasserdampf gewonnen werden.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leerselte -

Beispiel: Eindampfung

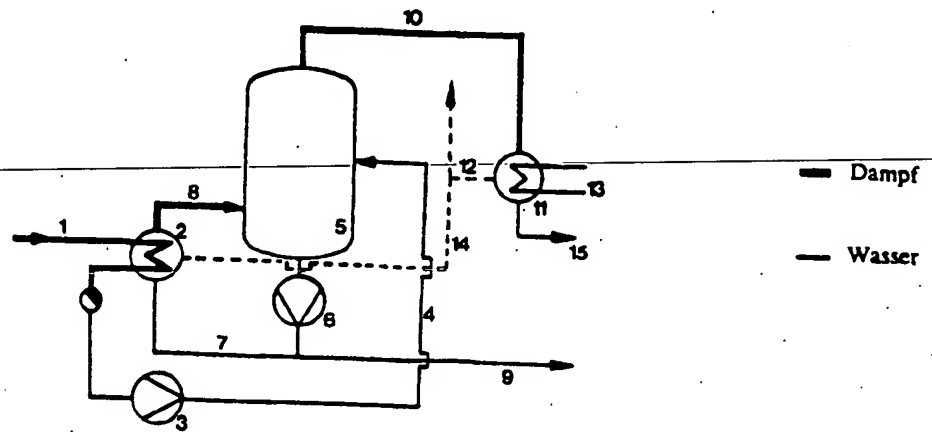


Fig. 1: Versuchsanlage

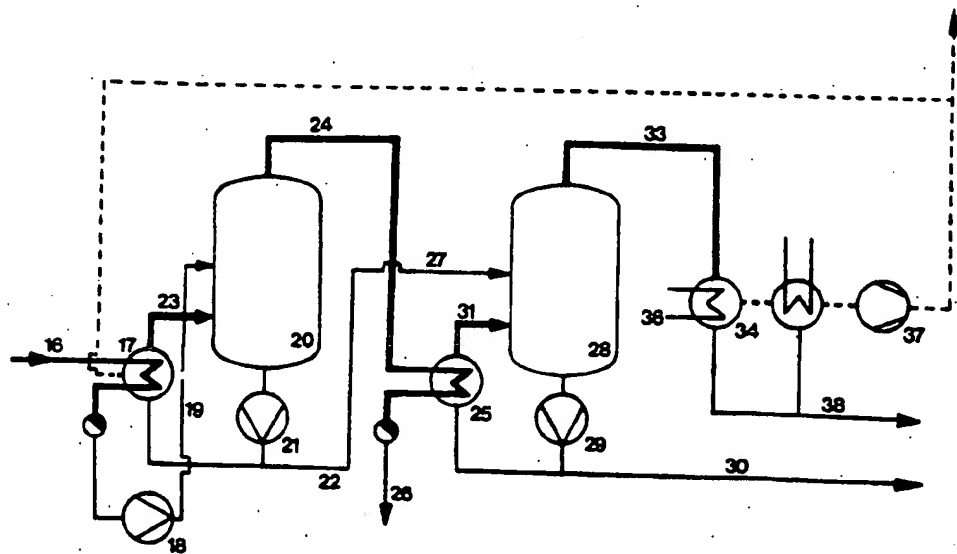


Fig. 2: Fließbild einer 2-stufigen Eindampfanlage für die großtechnische Realisierung

**A process for the improved removal of vapors in drying with superheated steam**

This invention relates generally to the drying of water-containing preparations of useful materials and/or ballast materials by treatment of the water-containing material with drying gases based on superheated steam.

5           In the field of industrial drying processes, the technology of superheated steam drying in its various forms has recently been acquiring increasing significance. The circulation of the superheated steam used as drying gas in a closed-loop system and the possibility of directly con-  
10           densing the stream of vapors removed from the circuit establish favorable conditions for the operation of drying installations of the type in question with minimal environ-  
15           ment-polluting emissions. In the specialist literature, it is assumed that superheated steam dryers will attract increasing attention, particularly when contact drying can  
20           be combined with drying in a pure steam atmosphere. Corresponding superheated steam dryers with integrated contact heating surfaces are now being industrially used, for example, in the drying of lignite and sewage sludge and in  
25           the drying of sugar beet chips, biomasses and other organic products for use in animal feeds, cf. for example D. Gehrmann "Entwicklungstendenzen der Trocknungstechnik in der chemischen Industrie (Development Trends of Drying Technology in the Chemical Industry)", Chem.-Ing. Tech. 62  
30           (1990) A 512 - 520, more particularly subchapters 2.2 and 3.1. Reference is also made there to the various possibilities of designing superheated steam dryers of the type in question. Thus, drying can be carried out, for example, in variously designed steam fluidized beds. The drying zone can also be in the form of a superheated steam jet dryer. Corresponding processes have recently been used in practice for the production of pulp and other dried natural materi-

als, such as wood and coal.

However, the possibilities of applying the principle of superheated steam drying are by no means confined to such comparatively non-sensitive materials. In a number of earlier patent applications, applicants describe the application of this principle to useful materials and mixtures of useful materials which are known per se for their temperature sensitivity, but which are only accepted by the user or consumer in a very high state of refinement, more particularly in the form of pourable and/or free-flowing powders or granules. Thus, in their earlier application DE-A 40 30 688, applicants describe a process for the production of fine-particle, solid, pourable or free-flowing useful materials or mixtures of useful materials for wetting agents, detergents and/or cleaning products from aqueous preparations thereof, in which superheated steam is used as the drying hot gas stream and drying of the particulate material is terminated before it is endangered by heat.

In a number of other earlier applications, applicants describe particular embodiments and improvements of such drying processes using superheated steam as the hot gas stream and their application to useful materials and mixtures of useful materials for wetting agents, detergents and/or cleaning products, cf. in particular earlier German patent applications P 42 04 035.3, P 42 04 090.6, P 42 06 050.8, P 42 06 521.6 and P 42 06 495.3.

The problem addressed by the present invention was further to develop industrial-scale superheated steam drying processes in the manner described in detail herein-after and, at the same time, to optimize the operating possibilities inherent in such superheated steam drying systems. The teaching according to the invention seeks in this regard to solve the following problem: drying with superheated steam in the drying installation comprises

circulation of the superheated steam through the drying unit(s) and subsequent separation of the stream of vapors corresponding to the amount of water evaporated in the drying process. The stream of vapors removed from the circulating steam is laden with entrained useful materials and/or ballast materials, for example with powder-form useful materials and/or ballast materials or with corresponding materials more or less highly volatile in superheated steam. Accordingly, these entrained useful materials and/or ballast materials have to be removed as far as possible from the circulating steam, normally before removal of the stream of vapors. This may be done by treatment with filters, although gravity separation techniques, more particularly using cyclone separators, are often applied. The entrained solids can never be completely removed. Those fractions which are volatile in the stream of superheated steam under the working conditions cannot be removed in any case. The stream of vapors ultimately removed from the steam circuit is laden with residues of entrained useful and/or ballast materials. During the drying process, non-condensable gas constituents optionally accumulating in small quantities are also discharged from the system by the continuously removed vapor stream.

Accordingly, the optimization of steam drying processes or other processes involving the use of a superheated steam treatment stage, for example corresponding agglomeration processes, presuppose a solution to the problem of working up the steam removed in following process steps in such a way that the materials entrained by the steam are either returned to the drying process or at least can be disposed of without harming the environment.

The problem addressed by the teaching according to the present invention was to enable substantial improvements to be obtained in this regard. More particularly, the teach-



ing according to the invention seeks to enable the stream of vapors removed to be worked up substantially free from emissions, i.e. from waste gases and wastewater, at no significant extra cost. Accordingly, the invention seeks  
5 to enable a vapor condensate of comparatively high purity to be made available without substantial energy losses in an aftertreatment process comprising one or more stages.

The technical solution to the problem addressed by the present invention is based on the subsequent thermal purification of the vapor condensate initially accumulating,  
10 the additional problem of optimizing the energy consumption of this aftertreatment being solved by the circulation of product streams or partial streams described hereinafter.

#### 15 Subject of the invention

In a first embodiment, therefore, the present invention relates to a process for optimizing disposal of the stream of vapors laden with entrained useful and/or ballast materials which is removed as a steam product stream from  
20 drying installations operated with superheated steam as the drying gas and is then at least partly condensed by direct and/or indirect heat exchange with a cooling medium.

In this embodiment, the process according to the invention is characterized in that the vapor condensate  
25 accumulating is subjected to an at least one-stage thermal post-purification, vapor condensate obtained beforehand being used as the cooling medium for condensation of the laden vapor stream removed from the drying installation and then being subjected to thermal post-purification together  
30 with the heat of condensation taken up by the vapor stream and the laden vapor condensate being delivered as aqueous liquid phase to the thermal purification stage - hereinafter also referred to as the "distillation stage" - and being partly evaporated again by the heat of condensation  
35 transferred while a liquid stream with a high concentration

of entrained useful and/or ballast materials is removed from the sump phase of the distillation stage.

In other embodiments, the invention relates to the application of this process for the recovery of dried  
5 useful materials, mixtures of useful materials and/or ballast materials from water-containing preparations thereof in the virtual absence of waste gases and wastewater by treatment, more particularly drying, with superheated steam. The application of this process can be of  
10 particular significance for the optimized emissionless drying of useful materials and mixtures of useful materials which are suitable as and/or for use in wetting agents, detergents and/or cleaning products. However, another  
15 important embodiment of the teaching according to the invention lies in its application to moist or water-containing starting materials of which the treatment of drying is known to involve considerable emission problems. One example of this application of the teaching according to  
20 the invention is the drying of sewage sludge or animal feces, such as liquid manure, which can lead to serious odor emissions, as for example in the drying of anaerobic sewage sludges.

Another important application of the teaching according to the invention is the treatment of toxic materials,  
25 for example by drying and/or agglomeration using superheated steam. Reference is made purely by way of example in this regard to highly toxic mixtures of useful materials, such as pesticides or herbicides, of which the drying and/or agglomeration can present considerable difficulties  
30 from the point of view of unwanted emissions. If gas phases are used as auxiliaries in cases such as these, for example in the production of dry preparations (powders and/or agglomerates), the entrainment of toxic useful materials and their elimination from the gas phases used is  
35 a serious technical problem. However, the elimination of

toxic or otherwise unwanted ballast materials from correspondingly laden gas streams still presents considerable problems in practice. The invention assists in solving these various problems through its broad range of applications.

#### Particulars of the teaching according to the invention

The essence of the teaching according to the invention lies in the following combination of elements:

10 The stream of vapors laden with entrained useful and/or ballast materials which is removed from the superheated steam drying installation and which corresponds to the water evaporated in the preceding drying installation is now repurified thermally, more particularly by distillation, in an at least single-stage aftertreatment. This  
15 additional purification step should have little or no effect on the energy balance of the process as a whole.

In one preferred embodiment of the invention, this problem is solved by the following process elements: the  
20 vapor stream removed from the steam drying installation, typically at temperatures above 100°C, is first condensed to form a continuous liquid phase. In a preferred embodiment of the invention, virtually the entire vapor phase is actually converted into the liquid vapor condensate. This  
25 ensures that the entrained useful and/or ballast materials - providing they are not gaseous at the process temperature - are taken up by the liquid phase of the vapor condensate and are delivered in this form to the subsequent distillation-based purification stage.

30 Condensation of the vapor phase removed from the drying circuit to form the liquid vapor condensate may be carried out in a single stage or, in one important embodiment, even in several stages. In the latter case, the complete condensation of the vapor stream removed, as  
35 ultimately required, is completed in successive stages, for

example in 2 to 5 and preferably 2 to 3 condensation stages. In the preferred embodiment of the invention, the vapor condensates obtained in each stage are also subjected to the purification step described in detail hereinafter.

5 Partial condensation of the vapor stream removed from the drying circuit affords technical advantages, for example, when the nature of the useful and/or ballast materials entrained in the vapor stream enables the entrained mixture to be separated up by the successive condensation stages so  
10 that the various individual components recovered are easier to re-use or to put to further uses. In the interests of simplicity, however, the following description of the invention is essentially based on the single-stage condensation of the vapor stream removed and on the single-stage  
15 or multi-stage purification of the vapor condensate obtained. However, the following description of the invention applies equally to the individual stages involved in the multi-stage partial condensation of the vapor stream to be worked up.

20       Entrained components of the vapor stream removed from the superheated steam drying installation which are gaseous at the process temperature and which do not pass into the liquid phase during condensation can be separated from the vapor condensate and hence from its further treatment by  
25 simple phase separation and disposed of in an ecologically safe manner, as will be described in more detail hereinafter. The need to remove a gas phase in this first stage of the condensation of the vapor stream generally arises in special cases only, if at all. When it does arise, comparatively very limited quantities of a separated gas phase  
30 are involved and can be safely disposed of as required without significant technological difficulties.

      The vapor condensate stream accumulating is transferred as a liquid phase to the concentration or distillation stage following the superheated steam drying stage.  
35

In one important embodiment of the invention, however, the following circuit is established or maintained with part of this vapor condensate which is best removed from the sump of the distillation stage:

5           The vapor condensate removed is delivered to an indirect heat exchanger for condensation of the vapor stream removed from the superheated steam drying stage. In this indirect heat exchanger, it takes up the evaporation or condensation energy of the vapor stream delivered to the  
10           heat exchanger through indirect heat exchange. This results in the desired condensation of the vapor stream removed from the drying installation. The condensate is directly transferred to the heat treatment stage. After leaving the indirect heat exchanger, the vapor condensate  
15           used to condense the vapor stream and removed beforehand from the sump of the distillation column is delivered as carrier together with the condensation energy taken up to the thermal treatment stage and, more particularly, is returned to the distillation stage. In this way, the  
20           energy released in the indirect heat exchanger is indirectly or directly delivered to the distillation stage where it can be used for evaporation of the vapor condensate stream and hence for the distillation-based post-purification stage of the process according to the invention.

25           In the particularly preferred embodiment of the process according to the invention, therefore, the vapor condensate is partly removed from the sump of the distillation stage, passed through the indirect heat exchanger to take up the heat of condensation of the stream of vapors, subsequently returned to the distillation stage and directly  
30           mixed therein with the liquid vapor condensate (sump). However, the superheater or heat exchanger may also be integrated in the evaporation/distillation stage as known per se. Accordingly, by suitably controlling the process  
35           parameters in known manner, the condensation or evaporation

energy can be directly transferred from the indirect heat exchanger to the following distillation stage. It can be useful in this regard, as known per se, to pass the vapor condensate stream through the indirect heat exchanger under elevated pressures, preferably under such elevated pressures that the circulated vapor condensate stream is present at least predominantly as a liquid phase, even after leaving the exchanger.

In continuous operation, the quantity of vapor condensate (sump) present in liquid phase which is required for the process according to the invention is comparatively limited. On the one hand, it is determined by the circulation of the vapor condensate from the distillation stage through the indirect heat exchanger with subsequent conversion of the condensation or evaporation energy back to the distillation column.

Accordingly, in the particularly preferred embodiment of the process according to the invention, a stream of the vapor condensate is run off from the bottom of the distillation column, passed through the indirect heat exchanger to take up the heat of condensation of the vapor stream delivered in vaporous form, subsequently returned to the distillation column and directly mixed therein with the liquid vapor condensate (the bottom fraction). However, the superheater or heat exchanger may also be integrated into the evaporation/distillation unit, as known per se. In this way, the condensation or evaporation energy can be directly transferred from the indirect heat exchanger to the following distillation column by suitable control of the process parameters, as known to the expert. To this end, it can be useful, as known per se, to pass the vapor condensate stream through the indirect heat exchanger under elevated pressures. The pressures applied may advantageously be elevated to such a degree that, even after leaving the heat exchanger, the circulated vapor condensate stream

is at least predominantly present as a liquid phase.

In continuous operation, the quantity of vapor condensate (bottom fraction) present in liquid phase which is required for the process according to the invention is comparatively limited. It is determined on the one hand by the circulation of the vapor condensate from the distillation column through the indirect heat exchanger with the subsequent return of the condensation or evaporation energy to the distillation column.

In addition, the object of the post-purification step according to the invention has to be borne in mind. All the non-gaseous useful and/or ballast materials entrained accumulate in the liquid vapor condensate. In this form, they may be removed as a partial stream from the subsequent purification cycle according to the invention. According to the invention, therefore, a partial stream in which the materials entrained from the superheated steam drying installation are present in an increased concentration is removed in batches or preferably continuously from the liquid sump of the distillation column. This partial stream may be delivered directly or indirectly to the superheated steam drying installation. The direct recycling of this concentrate does not require any further explanation. One example of indirect recycling is described in the following: if the useful materials dried in the superheated steam drying installation are worked up beforehand by selective conditioning with aqueous phases into an optimal quality for use in the superheated steam drying installation, the concentrate from the sump of the following distillation stage containing entrained useful materials may first be used in the preparatory conditioning of the useful material or mixture of useful materials to be dried in the superheated steam drying installation.

It has been found that effective separation between the vapors to be purified and the entrained useful or

ballast materials can be achieved by a simple one-stage thermal aftertreatment in accordance with the teaching of the invention. So far as this possibility is concerned, the following situation in particular also has to be taken into account: the operating conditions in the superheated steam drying installation are determined primarily by the desired result of the drying step. Accordingly, the vapor stream removed can be under working conditions of pressure and, more particularly, temperature which lead to a substantial entrainment of useful and/or ballast materials with the steam removed. By contrast, the working conditions in the subsequent distillation-based purification stage of the process according to the invention no longer have to be geared to the desired drying result of the superheated steam drying installation, instead the selected working conditions are determined by the desired optimal separation between steam vapors and entrained useful and/or ballast materials. It can immediately be seen that this subsequent process step affords completely new possibilities for improved system separation. The teaching according to the invention not only utilizes this possibility, the described sequence and combination of process steps also provides selective access to the modified working conditions from utilization of the energy balance of the system as a whole without significant losses of energy.

The vapor phase removed from the evaporation or distillation stage may be subsequently recondensed by preferably indirect heat exchange and - presupposing adequate purification - may optionally be put to another use. The indirect heat exchange in this second condensation stage ensures that transfer of the condensation energy precludes the unwanted entrainment of any useful and/or ballast materials. Small quantities of a waste gas phase can also be removed in this second condensation stage, depending on the quality of the laden vapor stream used. - The quantities



in which such a waste gas phase occurs are so small that they can be safely disposed of without any technological difficulties.

One reliable method of disposal is, for example, combustion because the gas phases in question - for example in the drying of useful materials or mixtures thereof in the field of detergents - do of course generally contain non-condensable fractions of low-boiling constituents of which the combustion is possible or even desirable. The possibilities afforded by the process according to the invention in this regard for optimizing the process as a whole are clearly apparent from this example of disposal of the non-condensable residual gas phase. In one preferred embodiment, the non-condensable gaseous fractions ultimately removed are burnt in admixture with the fuel gases which, in the preceding drying circuit, keep the circulated stream of superheated steam at the required operating temperature. The gas phase removed in the working up of the vapor condensate may be premixed, for example, with the air required for combustion and preheated with the waste gases from the burner, for example to 80 - 180°C, to reheat the circulated stream of superheated steam. In this form, the mixture of combustion air and non-condensable fractions from the working up of the vapor condensate may be optimally utilized in the process as a whole.

Evaporation of the vapor condensate in the distillation-based purification stage can be carried out in a single step by simple carryover. The simple design of the distillation column which this involves can always be useful when the laden vapor stream can be sufficiently purified by the one-stage treatment with removal of the entrained useful and/or ballast materials. In cases where removal of the laden vapor condensate has to meet stringent requirements, several possibilities are available for the purification of the liquid stream in accordance with the

invention and may also be applied in combination with one another.

5 In a first corresponding embodiment of the present invention, purification by distillation is carried out by using corresponding packed columns. Fractionation columns of the type in question can be designed, laid out and operated on the basis of general specialist knowledge to which reference is hereby specifically made. The optimal rectification temperature is adapted to the particular  
10 problem to be solved.

In another embodiment of the invention for improved purification of the laden vapor condensate, which may also be combined with the fractional distillation embodiment just described, a plurality of distillation stages is used.  
15 In a further embodiment, an evaporator comprising several stages, for example up to 5 stages and preferably 2 or 3 stages, is used. In every case, any excess heat accumulating may be recovered in the form of hot water.

In one preferred variant of the embodiment of the invention where purification is carried out in a succession of several separate evaporation or distillation units, the plurality of purification steps is controlled almost completely from the energy balance of the laden vapor stream removed from the superheated steam drying installation. To this end, the heat of condensation from the  
20 condensation of the vapor phase of a preceding process step is introduced in accordance with the invention into the sump of the condensate to be evaporated in the following distillation step by preferably indirect heat exchange. In this case, too, a partial stream may again be used as  
25 carrier for transferring this heat of condensation to the following distillation stage. The procedure adopted in this regard is the same as described at the beginning for the single-stage distillation process. Accordingly, the  
30 liquid stream containing the heat of condensation which is  
35

removed from the indirect heat exchanger is directly introduced into the following distillation stage - best under an appropriate excess pressure - and directly mixed therein with the condensate stream removed from the heat exchanger. In this way, the condensate is re-evaporated in the following process stage and may be accordingly divided into a further purified vapor phase and a sump phase containing useful and/or ballast materials in high concentrations.

10 In cases where a plurality of successive evaporation or distillation stages are used, concentrated useful and/or ballast material can be removed from the sump of each individual distillation stage or even from a selected relatively small number of the distillation stage or even from  
15 only a single distillation stage. In the last of these three cases, the laden sump stream is generally removed from the last distillation stage. The particular vapor phases of the individual distillation stages may be completely transferred as condensate to the following distillation stage. Equally, however, the condensed vapor phase  
20 from a preceding distillation stage may only be partly transferred to the following distillation stage(s). The particular procedure adopted is determined by the quality of the laden vapor streams to be purified, by the quality of the entrained useful and/or ballast materials and by the  
25 particular disposal possibilities arising therefrom.

Where several successive distillation stages are used, it can be useful to apply different pressures in the individual stages. In a preferred embodiment, the working  
30 pressure is reduced in stages from a preliminary distillation stage to a following distillation stage. According to the invention, it is possible in this regard for distillation at normal pressure to be followed by vacuum distillation of the condensate from the first purification stage  
35 under comparatively low pressures. However, in cases where

the working pressure is reduced in stages in the successive distillation stages, the reductions in pressure between the individual stages are generally comparatively small. Thus, where this procedure is adopted, the working pressure in a following distillation stage is only reduced to such an extent that the boiling temperature of the water is lowered by at most 20 to 30°C, preferably by no more than 20°C and, more preferably, by no more than 10°C. Comparatively small reductions in the boiling temperatures in the following distillation stage, which may be up to about 5°C below the boiling temperature of water in the preceding distillation stage, can be effectively used for the teaching according to the invention.

The measure of reducing the working pressure to a limited extent simplifies the overall technology of the process, promotes the energy balance of the purification process as a whole and thus enables the working result to be optimized by achieving the desired purification of the laden vapor stream under financially and economically acceptable conditions.

The teaching according to the invention specifically includes the direct introduction of the vapors into the condensate in one or more vapor purification stages in accordance with the state of the art using evaporators, although indirect heat exchange may be preferable.

In general, the energy content of the vapor from the last distillation stage may in turn be used for indirect heat exchange, for example to heat process water, and hence is not lost to the process as a whole. Depending on purity and requirements, the purified condensate streams may be used as industrial water - for example as rinsing water for cleaning industrial installations - or, if desired, may even be simply disposed of as at least substantially ecologically safe wastewater.

It can clearly be seen that the purification process

according to the invention is suitable for laden vapor streams of any origin. Accordingly, the teaching according to the invention is not only suitable as an addition to spray dryers or fluidized bed dryers operated with superheated steam, other types of process, for example granulation, more particularly pelletizing, using superheated steam, correspondingly operated thin-layer evaporators, more particularly falling-film evaporators with or without forced circulation of the material to be dried or evaporated in a thin layer, are also suitable intermediate stages for the process according to the invention. In any combination, the teaching according to the invention is a useful addition to the preliminary superheated steam stage: circulation of the superheated steam itself considerably simplifies the problems posed by waste gases by comparison with the hitherto predominant processes where the gas phase is circulated only partly, if at all. The teaching according to the invention of working up the laden vapor stream removed now also provides effectively - and for the first time - for substantially pollution-free disposal. Any small quantities of waste gases occurring can be safely handled in the described process stages and can be safely disposed of without harming the environment, for example by selective thermal treatment, more particularly selective combustion, by treatment in biofilters and the like. Problems associated with the disposal of wastewaters are eliminated. The teaching according to the invention thus extends to the entire field of concentration, drying, pulverization and/or granulation of useful and/or ballast materials of any origin. Accordingly, the drying and/or granulation of useful materials and mixtures of useful materials from the field of wetting agents, detergents and/or cleaning products as mentioned at the beginning on the one hand and the drying of ballast accumulating in large quantities, such as sewage sludges from communal

and/or industrial wastewater treatment plants are merely intended to serve as examples of the scope of application of the teaching according to the invention. They are nevertheless two characteristic examples which illustrate the practical and technological significance of the teaching according to the invention.

Applicants' DE-A 40 30 688 and their earlier German patent applications P 42 04 035.3, P 42 04 090.6, P 42 06 050.8, P 42 06 521.6 and P 42 06 495.3 describe important particulars of the drying of useful materials for detergents and cleaning products with superheated steam. The disclosures of these documents are hereby specifically included as part of the disclosure of the present invention. One of the problems which seriously affects the drying of useful materials or mixtures of useful materials on an industrial scale is so-called pluming, i.e. the carryover of, in particular, nonionic surfactant components through their volatility in steam. In the process according to the invention, nonionic surfactant components carried over primarily by pluming are reliably removed by distillation-based post-purification in one or more stages in accordance with the teaching of the invention.

The drying of sewage sludge is an example of another problem area where an improved solution can be provided by the teaching according to the invention. More particularly, the sewage sludges of anaerobic origin which now accumulate in large quantities have hitherto led to almost uncontrollable odor emissions during drying. Only recently have any attempts been made to dry sewage sludge with superheated steam and vapor circulation. Nevertheless, problems are still involved in working up the laden vapor stream removed which corresponds to the quantity of water evaporated and which has to be disposed of without any danger to the environment. The teaching according to the invention provides in the described manner for the -

optionally repeated - removal of non-condensable and particularly strong-smelling gas phases and their selective destruction, for example by thermal treatment. At the same time, the odor intensity of the vapor phase optionally  
5 condensed in several stages can be reduced to such an extent that no problems are involved in its conventional disposal. As explained in detail, the purification process in question can be carried out with hardly any additional input of outside energy into the purification stage(s)  
10 following the steam drying stage in accordance with the invention.

Figures 1 and 2 illustrate exemplary flow charts of embodiments of the vapor purification process according to the invention. Figure 1 shows an experimental plant while  
15 Fig. 2 shows a two-stage evaporation plant for use on an industrial scale. In both cases, vapor pipes are represented by thick lines and water pipes by thin lines.

As shown in Fig. 1, the laden vapor stream from a superheated steam drying installation is delivered by a  
20 pump 1a through a pipe 1 to an indirect heat exchanger 2 where it is completely condensed to form a liquid phase. Any small amounts of non-condensable gases and high-boiling fractions accumulating may be removed, for example, through the pipe 14 and suitably disposed of. More particularly,  
25 this gas may be mixed with the feed air for the burner (not shown) of the steam drying plant so that any impurities present in the gas are also burnt. The liquid stream removed from the heat exchanger 2 is pumped by the pump 3 through the pipe 4 to the distillation stage 5. From the  
30 bottom of the distillation stage 5, bottom condensate is pumped by the pump 6 through the circulation pipe 7 into the heat exchanger 2. This condensate stream takes up the condensation energy of the vapor stream delivered through the pipe 1 and evaporates. The correspondingly heated  
35 liquid stream is returned to the distillation unit 5 from

the bottom thereof through the pipe 8 and enters into direct heat exchange with the vapor condensate delivered through the pipe 4.

5 The bottom concentrate from 5 is partly removed through the pipe 9 and may be returned directly or indirectly to the steam drying installation.

10 The steam produced in the distillation unit 5 is removed through the pipe 10, condensed in the indirect heat exchanger 11 and used, for example, to produce hot water which is returned through the pipe 13 to the indirect heat exchanger 11 and again removed therefrom. The steam condensate removed from the heat exchanger 11 through the pipe 15 may be reused as industrial water or disposed of as wastewater. Any non-condensable gaseous components from 15 the vapor stream leaving the distillation unit 5 may be delivered through the pipe 12 and optionally via a pump 12a to the pipe 14 and thence to a waste gas disposal facility.

Figure 2 illustrates by way of example the working up of the laden stream in two stages by the process according to the invention. The plant illustrated is particularly 20 suitable for use on an industrial scale.

The laden vapor stream is delivered to the indirect heat exchanger 17 through the pipe 16 by the pump 16a and leaves the heat exchanger as condensate. The vapor condensate is pumped by the pump 18 through the pipe 19 into the 25 first distillation stage 20. From the bottom of this distillation stage, the liquid stream is evaporated in the heat exchanger 17, to which it is delivered by the pump 21 through the pipe 22, and returned to the distillation stage 30 20 through the pipe 20.

The vapor condensate introduced into the first distillation stage 20 through the pipe 19 is partly re-evaporated under the effect of the condensation or evaporation energy delivered through the pipe 23 by direct mixing of the 35 product streams from 19 and 23. The vapor leaves the first



distillation stage through the pipe 24 and the pump 24a and is condensed to liquid in the indirect heat exchanger 25. The condensate may be transported onwards in various ways through the pipe 26. Depending on its purity, it may be used as industrial water or may even be disposed of as wastewater. However, it is also possible - although not specifically shown in the drawing - to deliver this condensate component to the second distillation stage 28.

The non-evaporated part of the bottom fraction from the distillation stage 20 which is not required for circulation is delivered through the pipe 27 to the second distillation stage 28 where it enters into direct heat exchange with a heated second recycle stream introduced by removal of part of the sump from 28 by means of the pump 29 and circulation through the pipe 30, the indirect heat exchanger 35 and the return pipe 31 to the distillation stage 28. The vapor phase formed in the second distillation stage leaves the installation through 33 and may be used, for example, to produce hot water (inlet and outlet pipe 36) via the indirect heat exchanger 34. The condensate produced leaves the indirect heat exchanger 34 through 38 and may be put to various uses as industrial water and/or as wastewater. Liquid phase components from the bottom of the second distillation stage 28 containing useful and/or ballast materials in high concentrations are removed from the circuit through the pipe 30 and are directly or indirectly returned to the superheated steam drying stage.

In addition, Fig. 2 illustrates the possibility of reducing the working pressure of the second distillation stage in relation to the working pressure of the first distillation stage by means of the pump 37.

The following Examples describe specific operating parameters and results of the teaching according to the invention with reference to Figure 1.

## Examples

### Example 1

Using a Niro-Atomizer pilot-plant-scale experimental  
5 spray drying tower, a powder was produced from a detergent  
slurry in superheated steam. The slurry, which had a water  
content of 50%, was introduced into the tower in a quantity  
of 20.8 kg/h, corresponding to a volumetric flow rate of 16  
1/h. The steam used as the drying medium was circulated  
10 and only that quantity of water removed from the product  
was taken out of the circuit and processed in the following  
step.

To this end, condensate which has accumulated from the  
vapor stream removed from the circuit is concentrated in a  
15 forced circulation evaporator with an internal heat exchan-  
ger, the evaporator being heated by the steam removed from  
the drying circuit. The condensate issuing from the heat  
exchanger was delivered to the evaporator as feed. The  
superheated steam from the drying circuit entered the heat  
20 exchanger of the evaporator during the test at a tempera-  
ture of 179°C. In establishing the return flow of concen-  
trate to the heat exchanger, it is important to ensure  
that, on the one hand, the volume flowing back guarantees  
the condensation of the steam entering the evaporator and,  
25 on the other hand, superheating of the concentrate flowing  
back remains guaranteed. The procedure adopted to this end  
in the test was to adjust the return flow in such a way  
that complete condensation of the inflowing steam was just  
achieved on the heat exchanger.

30 Hot water at 81°C (entry temperature: 15°C) was  
produced by condensation of the vapor stream removed from  
the evaporator through indirect heat exchange, the flow of  
hot water amounting to approx. 74 l/h. The condensate  
leaving the heat exchanger had a temperature of 62°C for an  
35 output of approx. 9.6 kg/h.

Behind the condenser, there was a small flow of gas consisting of air taken in from outside and uncondensed components of the steam. This gas stream was not quantitatively determined.

- 5           The flow of concentrate produced in the evaporator and removed therefrom amounted to approx. 0.2 kg/h.

#### Example 2

- 10           In another test carried out in a Niro-Atomizer spray dryer of the "minor production" type, detergent slurry was dried by spraying in superheated steam. During the test, the flow of slurry (50% water content) was 32.5 kg/h, corresponding to a volumetric flow rate of 25 l/h. The steam used as drying medium was circulated, the excess  
15           steam being removed from the circuit.

- The steam removed from the circuit was used to feed the heat exchanger of the following evaporator and the condensate issuing from the heat exchanger was subsequently delivered to the evaporator as feed. The temperature at  
20           which the steam entered the heat exchanger during the test was 168°C.

- The vapor stream collecting in the evaporator was used in a condenser to produce hot water at 79°C (temperature of the cold water: 15°C). Approx. 109.8 l/h hot water were  
25           produced during the test. The temperature of the condensate, as measured at the exit, was 66°C, the flow of condensate amounting to approx. 13.9 kg/h. In this test, too, a gas stream was detected behind the condenser, but was not determined.

- 30           During the test, concentrate was removed from the evaporator at a rate of approx. 0.4 kg/h.

**CLAIMS**

1. A process for optimizing disposal of the stream of vapors laden with entrained useful and/or ballast materials which is removed as a steam product stream from drying  
5 installations operated with superheated steam as the drying gas and is then at least partly condensed by direct and/or indirect heat exchange with a cooling medium, characterized in that the vapor condensate accumulating is subjected to an at least one-stage thermal post-purification, vapor  
10 condensate obtained beforehand being used as the cooling medium for condensation of the laden vapor stream removed from the drying installation and then being subjected to thermal post-purification together with the heat of condensation taken up by the vapor stream and the laden vapor  
15 condensate being delivered as aqueous liquid phase to the thermal purification stage (distillation stage) and being partly evaporated again by the heat of condensation transferred while a liquid stream with a high concentration of entrained useful and/or ballast materials is removed from  
20 the sump phase of the distillation stage.
2. A process as claimed in claim 1, characterized in that the laden vapor stream is condensed in several stages and the vapor condensate obtained in each stage is subjected to thermal post-purification.
- 25 3. A process as claimed in claims 1 and 2, characterized in that the bottom of the distillation stage is superheated by direct or indirect heat exchange with the heat of condensation of the vapor stream introduced.
- 30 4. A process as claimed in claims 1 to 3, characterized in that, to condense the laden vapor stream, an indirect heat exchanger is integrated in the bottom of the distillation stage or, preferably, part of the vapor condensate is removed from the bottom of the distillation stage, passed through an indirect heat exchanger to take up the heat of  
35 condensation of the vapor stream introduced, subsequently

returned to the distillation stage and directly mixed therein with the liquid vapor condensate.

5 5. A process as claimed in claims 1 to 4, characterized in that the heat of condensation is transferred to the distillation stage by the fluid carrier medium under elevated pressure, preferably under such elevated pressures that the circulated stream of vapor condensate (bottom fraction) is at least predominantly present as liquid phase even after leaving the heat exchanger.

10 6. A process as claimed in claims 1 to 5, characterized in that the vapor phase removed from the distillation stage is recondensed by preferably indirect heat exchange and, if desired, is subsequently put to another use.

15 7. A process as claimed in claims 1 to 6, characterized in that any non-condensable gas phases accumulating in the individual condensation stages are safely disposed of, more particularly by burning with the fuel gases for producing the superheated steam to operate the drying plant.

20 8. A process as claimed in claims 1 to 7, characterized in that the liquid stream enriched with useful and/or ballast materials and removed from the bottom of the distillation stage is returned directly or indirectly to the steam drying stage.

25 9. A process as claimed in claims 1 to 8, characterized in that several, preferably 2 or 3, distillation stages are used for the laden vapor condensate, the heat of condensation from the condensation of the vapor phase in the preceding distillation stage being transferred to the following distillation stage by heat exchange.

30 10. A process as claimed in claims 1 to 9, characterized in that pressures reduced in stages are applied in the successive distillation stages.

35 11. A process as claimed in claims 1 to 10, characterized in that the first distillation stage is operated at normal pressure and a second distillation stage is operated at

moderately reduced pressure, preferably with a reduction in the boiling temperature of the water of no more than 20°C and preferably no more than 10°C.

5 12. A process as claimed in claims 1 to 11, characterized in that evaporation of the vapor condensate in the distillation-based purification is carried out in a single stage and/or as fractional multistage distillation.

10 13. A process as claimed in claims 1 to 12, characterized in that the vapor stream to be disposed of emanates from the drying with superheated steam of useful materials or mixtures of useful materials which are suitable for use as and/or in wetting agents, detergents and/or cleaning products.

15 14. A process as claimed in claims 1 to 13, characterized in that the vapor stream to be disposed of emanates from the drying with superheated steam of an environment-polluting water-containing material, for example from the drying and/or agglomeration of toxic materials, such as pesticides, herbicides and other toxic materials and/or waste  
20 solid at room temperature or from the drying of strong-smelling materials, such as sewage sludges, more particularly anaerobic sewage sludges, or animal feces.

25 15. The use of the process claimed in claims 1 to 14 for the recovery of dried useful materials and mixtures of useful materials, which are suitable for use as and/or in wetting agents, detergents and/or cleaning products, from water-containing preparations thereof in the substantial absence of waste gases and polluted wastewaters by drying with superheated steam.

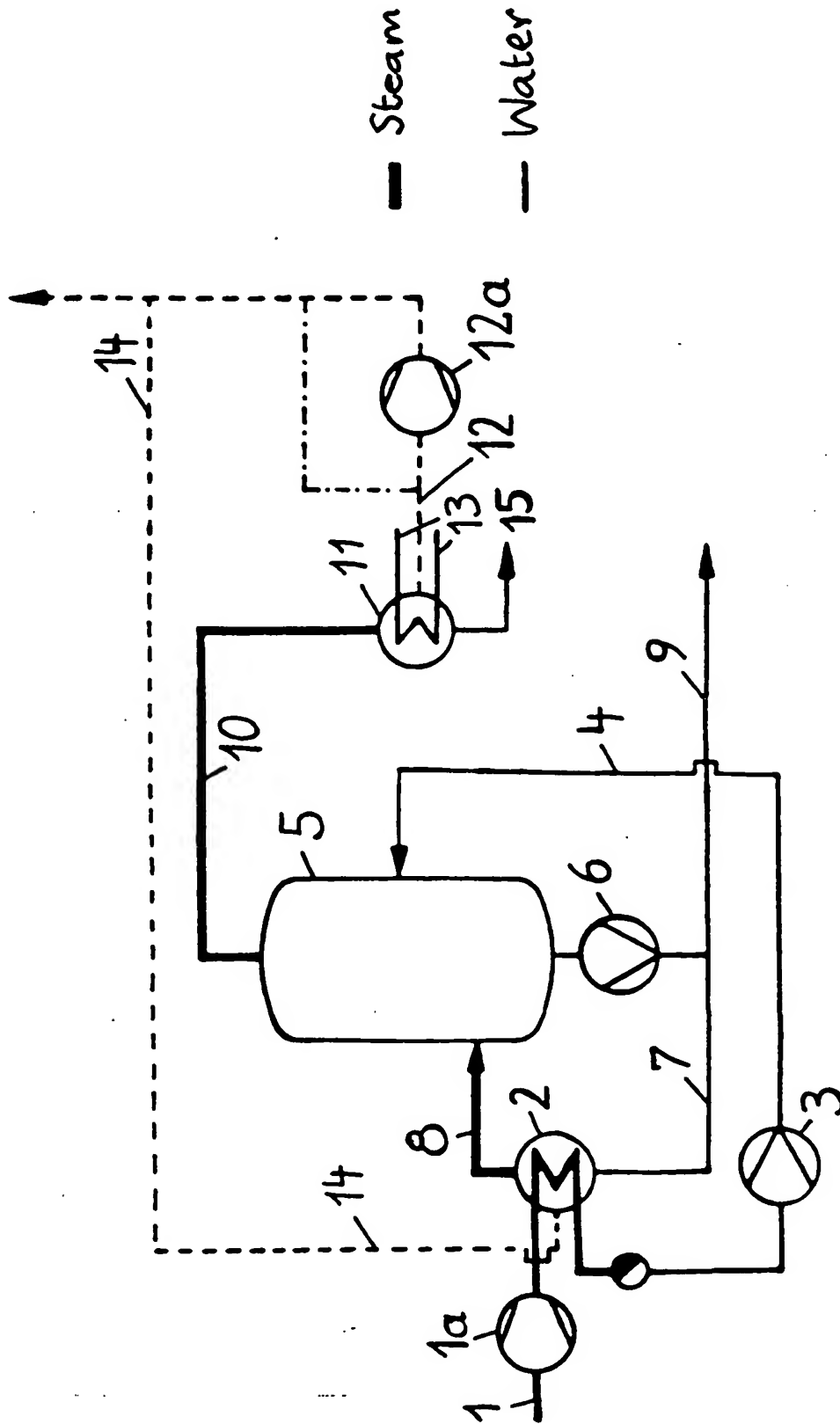


Fig. 1

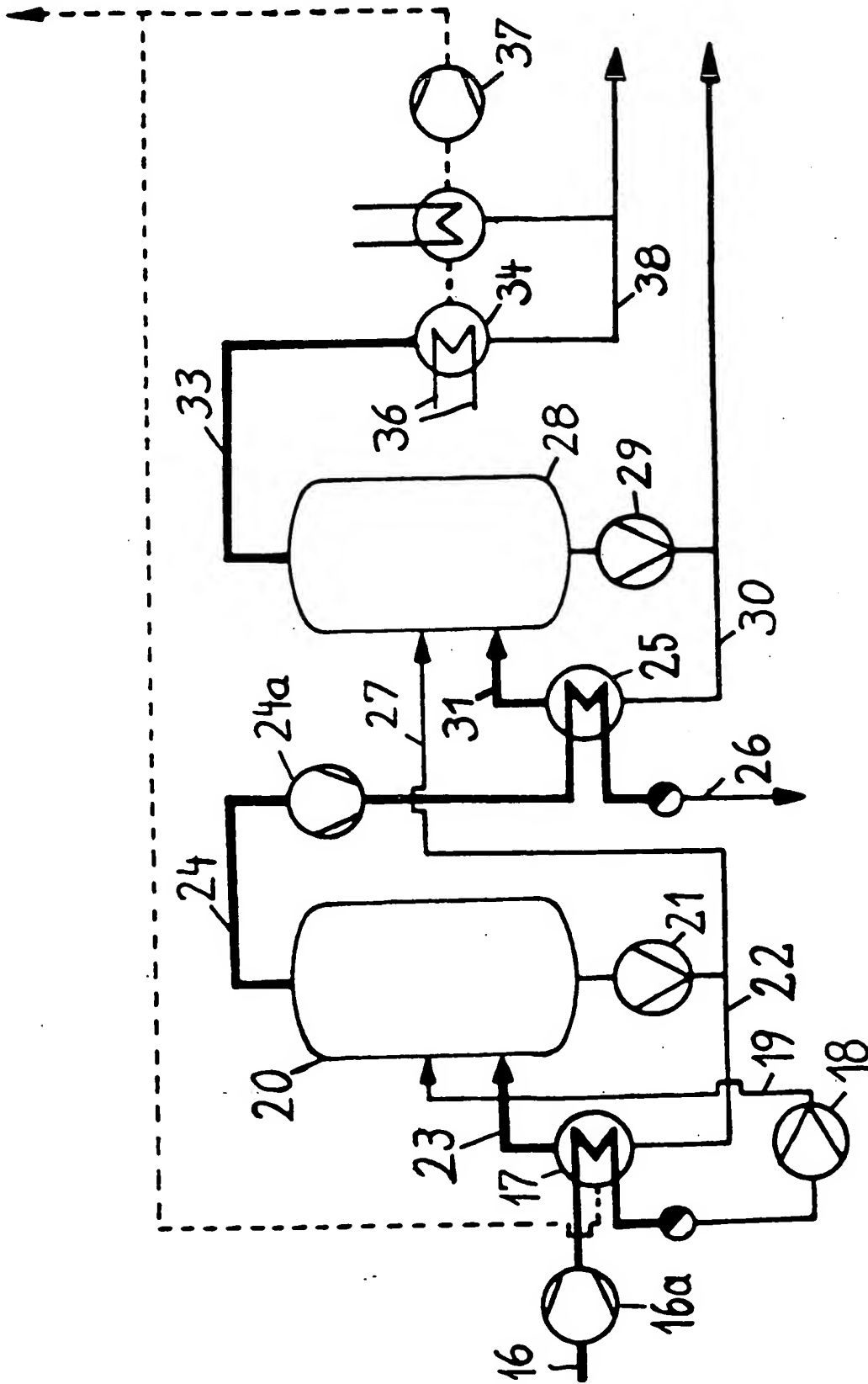


Fig. 2